# Prácticas de Edafología

Métodos didácticos para análisis de suelos

Marisol Andrades Rodríguez Ana Moliner Aramendía Alberto Masaguer Rodríguez





# PRÁCTICAS DE EDAFOLOGÍA

Métodos didácticos para análisis de suelos

Marisol Andrades Rodríguez Ana Moliner Aramendía Alberto Masaguer Rodríguez

# PRÁCTICAS DE EDAFOLOGÍA

Métodos didácticos para análisis de suelos

#### ANDRADES RODRÍGUEZ, Marisol

Prácticas de edafología: métodos didácticos para análisis de suelos [Recurso electrónico] / Marisol Andrades Rodríguez, Ana Moliner Aramendía, Alberto Masaguer Rodríguez. — Logroño: Universidad de La Rioja, Servicio de Publicaciones, 2015.

78 p.; v. digital. — (Material didáctico. Agricultura y alimentación; 15) ISBN 978-84-608-5117-2

1. Edafología. I. Moliner Aramendía, Ana. II. Masaguer Rodríguez, Alberto. III. Título. IV. Universidad de La Rioja. Servicio de Publicaciones. V. Serie. 631.4 (076.5)

TVK – IBIC 1.1

4GE - IBIC 1.1



#### Prácticas de Edafología : métodos didácticos para análisis de suelos

de Marisol Andrades Rodríguez, Ana Moliner Aramendía y Alberto Masaguer Rodríguez (publicada por la Universidad de La Rioja) se difunde bajo una Licencia

Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 3.0 Unported.

Permisos que vayan más allá de lo cubierto por esta licencia pueden solicitarse a los titulares del copyright.

© Los autores

© Universidad de La Rioja, Servicio de Publicaciones, 2015 publicaciones.unirioja.es

E-mail: publicaciones@unirioja.es

ISBN 978-84-608-5117-2

Edita: Universidad de La Rioja, Servicio de Publicaciones

# ÍNDICE

Normas de	seguridad	/
	Preparación de la muestra y determinación del porcentaje de fragmentos uesos	9
Práctica 2. I	Determinación del color del suelo1	3
Práctica 3. (	Contenido de humedad en la muestra1	7
Práctica 4. I	Determinación de la textura al tacto (ensayo de campo)2	1
	Distribución del tamaño de partículas del suelo. Método del densímetro de puyoucos2	5
	. Determinación de la densidad aparente, capacidad de campo y de la prosidad (método aproximado de la probeta)3	5
Práctica 7. I	Determinación del pH del suelo en agua y en cloruro potásico39	9
Práctica 8. I	Determinación de la conductividad eléctrica de las soluciones4	3
Práctica 9. I	Extracto de Saturación: pH y CEs4	7
Práctica 10.	). Determinación del carbonato cálcico equivalente4	9
Práctica 11.	. Determinación de la caliza activa5	3
Práctica 12.	2. Determinación de la materia orgánica total5	7
Práctica 13.	3. Determinación del carbono y materia orgánica oxidable6	1
Práctica 14.	. Determinación del fósforo asimilable6	5
Práctica 15.	5. Determinación del nitrógeno7	1
Referencias	s bibliográficas7	5
Anexo I. Tal	ıbla resumen de las propiedades del suelo7	7

#### **NORMAS DE SEGURIDAD**

#### Normas básicas de seguridad en el laboratorio

#### **OBLIGACIONES DE LOS ALUMNOS EN NORMAS BÁSICAS MATERIA DE SEGURIDAD** 1. No fumar, ni comer ni beber alimentos en Atender a toda información, normativa o el laboratorio. recomendación que reciben del profesorado. 2. No probar jamás un compuesto químico. b) Acatar, sin excepción, dicha normativa, 3. No pipetear con la boca. Utilizar la pipeta en particular aquella relativa al uso de automática. medios de autoprotección. 4. Cerrar herméticamente los frascos de Asistir a los laboratorios provistos de los productos químicos después de utilizarlos. medios de protección personales: bata 5. Los ácidos y bases concentrados o de de laboratorio de manga larga. productos nocivos o muy tóxicos deben d) No permitir la entrada de personas manejarse en la vitrina extractora. ajenas al trabajo que se está realizando. 6. Utilizar gafas de seguridad en el laboratorio Seguir las normas relativas a la gestión cuando se trasvasen productos corrosivos. de residuos peligrosos. 7. Utilizar bata cerrada en el laboratorio en Ante cualquier duda consultar con el todo momento. profesorado. 8. No usar enchufes o clavijas en malas condiciones, ni aparatos con los cables en mal estado. 9. Localizar medios de protección de que dispone el laboratorio: duchas de emergencia, puertas de salida, extintores, etc. 10. No utilizar un reactivo sin haber leído su etiqueta. 11. No utilizar ningún aparato sin antes haber recibido la información necesaria sobre su funcionamiento y posibles riesgos. 12. Es conveniente llevar el pelo recogido para trabajar en el laboratorio. 13. Lavarse las manos antes de abandonar el laboratorio.

## Seguridad en el laboratorio: pictogramas sobre seguridad

SÍMBOLO	PELIGRO	PRECAUCIÓN
Comburente Oxidising Comburant	Compuestos que pueden inflamar sustancias combustibles o favorecer la amplitud de incendios ya declarados, dificultando su extinción	Evitar el contacto con sustancias combustibles
Corrosive Corrosife	Por contacto con estas sustancias se destruye tejido vivo y otros materiales	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel, ojos y ropa
Explosive Explosive Explosible	Sustancias que pueden explotar bajo determinadas condiciones	Evitar choque, percusión, fricción, chispas y calor
Extremadamente inflamable F+ Extremely F+ Extrement inflammable	Sustancias extremadamente inflamables, bien de forma espontánea, o en contacto con el aire o el agua.	Aislar de fuentes de calor, llamas o chispas
Inflamable Flammable Inflammable	Sustancias inflamables o volátiles	Aislar de fuentes de calor, llamas o chispas
Irritante Irritant Xi	Producen irritación sobre la piel, ojos y sistema respiratorio	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel
Peligroso N para el Medio Ambiente	Sustancias que afectan de manera irreversible al medio ambiente	Evitar su eliminación de forma incontrolada
Tóxico Toxico Toxique	Sustancias que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos para la salud	Evitar cualquier contacto con el cuerpo humano
Muy Tóxico T+ Very Toxic Très Toxique	Sustancias que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar graves riesgos para la salud	Evitar cualquier contacto con el cuerpo humano y en caso de malestar acudir al médico
Nocivo Harmful Nocif	Producen efectos nocivos de poca trascendencia	Evitar contacto e inhalación de vapores

# PRÁCTICA Nº 1. Preparación de la muestra y determinación del porcentaje de fragmentos gruesos

#### 1. Introducción

La muestra natural de un suelo, cuando llega al laboratorio, debe ser acondicionada como paso previo para la realización de los distintos análisis. Este acondicionamiento incluye, para la mayoría de las determinaciones, la separación de los fragmentos gruesos (FG) y la tierra fina (TF). Se prepara así la muestra para los análisis físicos y químicos, que se realizan sobre tierra fina (< 2 mm).

#### 2. Tamizado de la muestra de suelo

#### 2.1. Material y aparatos

- Bandejas numeradas para secado al aire de la muestra
- Tamiz de 2 mm de luz de malla
- Martillo de goma o madera o rodillo
- Balanza con una precisión de ±1 g

#### 2.2. Procedimiento

- Colocar la muestra en una bandeja en capa de poco espesor y disgregar con la mano, si es posible, los terrones existentes (como alternativa se puede extender el suelo sobre papeles satinados para el secado).
- 2. Mantener las bandejas al aire, remover de vez en cuando con una espátula, hasta que se seque al aire el suelo. Durante el secado disgregar con la mano los agregados (terrones) de suelo existentes. El desprendimiento de polvo es un indicio de haber logrado el equilibrio entre la humedad del suelo y la del laboratorio.
- 3. Disgregar los terrones mediante el martillo de goma o madera o mediante un rodillo de madera, tanto la acción de la mano como la del martillo de goma serán suaves, a fin de no romper mecánicamente los fragmentos gruesos.
- 4. Tamizar la muestra por un tamiz de 2 mm de luz de malla.
- 5. La fracción que ha pasado por el tamiz, se denomina tierra fina seca al aire. Pesar la tierra fina con precisión de 1 g.
- 6. La fracción que queda retenida en el tamiz corresponde a los fragmentos gruesos. Estos fragmentos gruesos, grava sucia, deben ser pesados con precisión de 1 g. También podemos hacer una identificación visual de su composición mineralógica.
- 7. Bien homogeneizada la muestra de tierra fina, debe pesar entre 500 y 1000 g, que nos permitirá tener muestra suficiente para todas las determinaciones analíticas. Guardar las

muestras en un bote o bolsa de plástico bien cerrada y etiquetada de forma que se identifique perfectamente la muestra que contiene.

#### 2.3. Cálculo y expresión de resultados

El porcentaje de fragmentos gruesos y de tierra fina seca al aire se calculan por las expresiones:

$$\% FG = \frac{PFG}{PFG + PTF} \times 100$$

$$\% TF = \frac{PTF}{PFG + PTF} \times 100$$

PFG = peso, en gramos, de los fragmentos gruesos

PTF = peso, en gramos, de la tierra fina

#### 3. Observaciones

Hay determinaciones analíticas, para el estudio de propiedades físicas y químicas de los suelos, que requieren la muestra del suelo inalterada. Para ellas el procedimiento a seguir en el muestreo y preparación de la muestra es diferente.

#### 4. Resultados e interpretación

La existencia de fragmentos gruesos puede favorecer las propiedades físicas del mismo, por ejemplo, si tiene alto porcentaje de arcilla en la tierra fina. Por otro lado, un porcentaje muy elevado de fragmentos gruesos puede dificultar el laboreo del suelo y hacer perder valor agrícola a este suelo. En algunos casos incluso se hace necesario recurrir a un despedregado.

Debemos considerar, en algunas ocasiones, el porcentaje de fragmentos gruesos para presentar algunas propiedades del suelo. Así por ejemplo, un resultado de 1% de contenido en materia orgánica sobre tierra fina, referido a peso total del suelo, con un porcentaje FG del 40%, supondría tan sólo un 0,6% de materia orgánica.

### RESULTADOS: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Muestra:

Procedencia:

Muestra/	Peso FG	P tierra fina	Fragmentos	Tierra fina
horizonte	(PFG) (g)	(PTF) (g)	gruesos	%
1				
2				
3				
4				

#### INTERPRETACIÓN:

### PRÁCTICA Nº 2. Determinación del color del suelo

#### 1. Introducción

El color del suelo es una característica importante en el diagnóstico del tipo de suelo ("tierra negra", "tierra parda", "tierra roja"). Sirve como criterio en la separación y descripción de horizontes, por ej.: "horizonte húmico", "horizonte de oxidación", etc.

El color del suelo viene determinado sobre todo por la presencia de materia orgánica, de carbonatos y de compuestos de Fe y Mn. La materia orgánica comunica a los suelos, según su contenido y grado de descomposición, un color negro, negro-parduzco o grisáceo. Los óxidos e hidróxidos de Fe y Mn en sus formas oxidadas pueden dar una coloración parda, roja o pardo-negruzca según el tipo de compuesto presente. Las formas reducidas de Fe (óxidos, sulfuros, silicatos, etc.) pueden determinar los tonos verdosos, azulados y hasta negruzcos.

El color del suelo influye en la temperatura de éste. Así por ejemplo, suelos oscuros absorben más intensamente las radiaciones solares que suelos de tonos claros.

El color de cualquier objeto es equivalente a la longitud de onda de la luz reflejada, distinguiéndose, en el rango del visible, las siguientes longitudes de onda:

Longitud de onda (λ)	Color
menor de 380 nm	ultravioleta, rayos X
380 a 490 nm	violeta
450 a 490 nm	azul
490 a 520 nm	verde
520 a 660 nm	amarillo
600 a 620 nm	anaranjado
620 a 750 nm	rojo
más de 750 nm	infrarrojos, ondas de radio

El ojo humano es capaz de identificar unos 100.000 colores distintos, pero de forma subjetiva, ya que difícilmente dos personas identifican al mismo color.

El color del suelo es la primera impresión en la identificación de un suelo; siendo, junto con la estructura y textura, la valoración inmediata que los agricultores hacen de una "buena o mala" tierra.

#### 2. Fundamento

La tabla de colores Munsell para suelos, consiste en 199 cuadros coloreados sistemáticamente distribuidos por Hue, Value y Chroma (matiz, brillo y saturación respectivamente), las tres variables simples que se combinan para dar todos los colores. El matiz es el color dominante del espectro y está relacionado con la longitud de onda dominante de la luz. El brillo se refiere a la relativa iluminación del color. La saturación se refiere a la pureza relativa o intensidad del color del espectro.

En la tabla Munsell, los colores de cada tarjeta tienen el mismo matiz, el cual se designa mediante un símbolo en el ángulo superior derecho de la hoja correspondiente. Los colores de cada hoja están dispuestos verticalmente según saltos visualmente iguales, y son sucesivamente más claros hacia arriba; su brillo aumenta en este sentido. La saturación aumenta horizontalmente hacia la derecha y los colores son más grises hacia la izquierda.

La nomenclatura de un color consiste en: a) el nombre del color (que trae la misma tabla) y b) la notación Munsell o símbolo del color. La notación Munsell se forma con la notación del matiz seguido del brillo y finalmente de la saturación. El símbolo del matiz es una abreviatura del color del espectro (R de "red", rojo; YR de "yellow-red", amarillo-rojo) precedido de un número entre 0 y 10. Dentro de cada rango es más amarillo y menos rojo a medida que el número crece. La mitad del rango es el 5, el 0 de un rango coincide con el 10 del matiz que le sigue, de modo que por ejemplo: 5YR está en la mitad del matiz amarillo-rojo, que se extiende desde 10R (es decir OYR) hasta 10YR (0Y).

La notación del brillo consiste en un número entre 0 (para el negro absoluto) hasta 10 (para el blanco puro). Se indica como numerador de un quebrado.

La saturación se anota como el denominador de ese mismo quebrado. Consiste en un número que comienza con 0 para los grises neutros y aumenta a intervalos regulares hasta alrededor de 20, aunque saturaciones tan altas no existen en suelos.

La notación de un color se escribe correctamente comenzando con el símbolo del matiz y luego, dejando un espacio, el brillo y la saturación separados por una barra.

Es importante que se determine el color en seco y en húmedo, principalmente cuando las tierras son para uso técnico o se van a determinar series de suelos.

#### 3. Material

- Munsell Soil Color Charts
- Espátula
- Vidrio de reloj
- Agua destilada
- Cuenta gotas

#### 4. Procedimiento

- 1. Colocar dos porciones de muestra en la placa de porcelana.
- 2. A una porción agregarle despacio agua destilada con un cuenta gotas hasta humedecerla por completo sin empaparla.
- 3. Por comparación, identificar la coloración en la carta Munsell con la que más se asemeje a la del suelo.
- 4. Tomar del ángulo superior derecho la identificación "Hue".
- 5. Tomar de ordenadas la identificación "Value".
- 6. Tomar en abscisas la identificación "Chroma".
- 7. Integrar estas 3 características e identificar el nombre asignado a ese valor en la página adyacente.

**Ejemplo**: Si el color tiene un matiz de 7,5YR, un brillo de 5 y una saturación de 6, la notación del color será:

Strong brown (marrón oscuro), 7,5YR 5/6 hue, value / chroma matiz, brillo/saturación

#### 5. Resultados e interpretación

La expresión final debe ser:

Suelo seco: HV/C
Suelo húmedo: H' V'/C'

El color del suelo está muy ligado a las propiedades químicas y físicas del suelo, siendo responsable la fracción fina y muy fina y la materia orgánica. También influye, como se ha mencionado, la humedad.

A grandes rasgos podemos decir:

#### a) Negro o tonos oscuros:

materia orgánica: calidad y riqueza del suelo presencia de manganeso: condiciones reductoras

#### b) Rojo: predominancia del óxido de hierro hematite, lo que implica:

buena aireación

vejez o antigüedad del suelo buen drenaje

temperaturas más altas

#### c) Amarillo: dominancia de la goethita como óxido de hierro, lo que implica:

suelos más finos

regular drenaje o paso de agua ciertas condiciones de acidez

#### d) Blanco, puede deberse a:

exceso de arena

salinidad

suelos pobres o con problemas presencia de caliza

#### e) Grises, azulados y verdosos, implica encharcamiento estacional y estado de anaerobiosis.

#### **RESULTADOS DEL COLOR DEL SUELO**

Muestra:

Procedencia:

	COLOR EN SECO		COLOR EN HÚMEDO	
Muestra/horizonte	Notación Munsell (H V/C)	Descriptivo	Notación Munsell (H V/C)	Descriptivo
1				
2				
3				
4				

Rara vez el suelo húmedo cambia de tono, aunque pudiera suceder en los suelos muy arcillosos.

#### INTERPRETACIÓN:

### PRÁCTICA Nº 3. Contenido de humedad en la muestra

#### 1. Introducción

Los análisis de suelos se realizan sobre muestra seca al aire, para evitar transformaciones de la muestra si se somete a un secado más drástico. Debido a las diferencias en las condiciones de secado producidas por diferentes humedades ambiente en el laboratorio y entre laboratorios, en la mayor parte de los análisis físicos y químicos de los suelos, se deben expresar los resultados referidos a suelo seco.

Definimos el concepto de suelo seco como aquel que se obtiene de unas condiciones normalizadas: secamos en estufa a  $105^{\circ}$ C hasta obtener pesada constante. El agua eliminada en estas condiciones se considera la humedad del suelo y se expresa como: masa de agua por masa de suelo (Humedad gravimétrica  $\omega$  =p/p). En suelos que contienen yeso, debemos secar a  $60^{\circ}$ C para no eliminar el agua de cristalización. Este procedimiento se puede utilizar también para determinar la humedad que tiene una muestra en el campo.

El dato que se obtiene en esta determinación se utiliza sólo para corregir el peso de suelo utilizado en el resto de las prácticas, y así poder referir los datos a peso de suelo seco.

#### 2. Humedad de la muestra de suelo

#### 2.1. Fundamento

El método se basa en eliminar la humedad contenida en la muestra mediante secado en estufa, y por diferencia de peso calcular el porcentaje de agua.

#### 2.2. Material y aparatos

- Muestra de suelo tamizada a 2 mm
- Cápsula de aluminio (pesa sustancias)
- Balanza analítica con precisión ±0,01 g
- Estufa de aire forzado o de convección a 105°C

#### 2.3. Procedimiento

Pesar una cápsula de aluminio en la balanza (P1). Mezclar bien la muestra completa de suelo, tamizada a 2 mm, y pesar una submuestra de aproximadamente 10 g en la cápsula de aluminio (P2), con precisión de ±0,01 g. El valor de P2 incluye por tanto el valor de P1.

Colocar la cápsula con la muestra de suelo en una estufa de aire forzado a 105°C y dejar por un período de 24 a 48 horas, hasta peso constante. Se saca la muestra de la estufa y se deja enfriar en un desecador, para evitar que vuelva a humedecerse por la humedad ambiental. Cuando la muestra está a temperatura del laboratorio se procede a pesarla (P3).

#### 2.4. Cálculo y expresión de resultados

El porcentaje de humedad de la muestra será:

$$\% Humedad = \% \omega = \left(\frac{P_2 - P_3}{P_3 - P_1}\right) \times 100$$

P<sub>1</sub> = peso de la cápsula

P<sub>2</sub> = peso de la cápsula más peso de la tierra fina húmeda

P<sub>3</sub> = peso de la cápsula más peso de la tierra fina seca

#### 3. Observaciones

El tiempo necesario para alcanzar peso constante dependerá del tipo de estufa que se use, del tamaño y profundidad de la muestra y del tipo de suelo. Si se usa estufa con corriente de aire forzada, normalmente bastará con diez horas. Si la estufa es de convección las muestras deberán desecarse durante 24 horas como mínimo y se deben de tomar precauciones para no introducir muestras húmedas durante la última mitad del período de secado.

En situaciones de máxima precisión se requiere la utilización de un pesa-sustancias de vidrio con tapa esmerilada, que garantiza la no rehumectación de la muestra seca.

En muestras que contengan sales con agua de cristalización, tales como yeso o sales magnésicas, deberá mantenerse la temperatura de secado a 60°C y un mínimo de 48 horas. De esta forma se evitará evaluar como humedad el agua de constitución del yeso o de la epsomita.

La humedad del suelo seco al aire suele oscilar entre un 1 y 6%. Valores superiores hacen suponer que la muestra no se ha secado suficientemente o que contenía yeso u otra sal con agua de cristalización.

En el caso de suelos orgánicos, o sustratos orgánicos, el contenido de humedad sobre muestra seca puede ser superior al 100%, referido a muestra seca, debido a la alta retención de agua por parte de estos materiales.

Observaciones: La humedad no es una propiedad del suelo, es un estado. Si medimos la humedad de una muestra recién cogida, nos indica la humedad que tiene dicha muestra de suelo en el campo. Si medimos la humedad de la muestra que ha sido secada al aire y tamizada, lo que nos interesa esa saber cuánta agua tienen las muestras que pesamos en cada determinación del laboratorio para poder referir los datos a suelo seco. De esa forma podemos calcular el peso de suelo seco:

$$P_{MS} = P_M \left( \frac{100}{100 + \% II} \right)$$

Siendo *PM* el peso de muestra que se ha pesado en la balanza y *PMs* el peso de muestra corregido para expresarlo como muestra seca

## 4. Resultados e interpretación

|--|

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	P1 Peso cápsula (g)	P2 Peso cápsula + suelo húmedo (g)	P3 Peso cápsula + suelo seco (g)	Humedad (H) %
1				
2				
3				
4				

INTERPRETACIÓN:

# PRÁCTICA Nº 4. Determinación de la textura al tacto (ensayo de campo)

#### 1. Introducción

La estimación de la textura por simple tacto de la muestra de tierra, presenta indudables ventajas: es fácil, rápido, se puede efectuar en el campo o en el laboratorio. Este método no tiene la precisión que ofrecen otros métodos granulométricos pero puede aportar una información útil en campo.

#### 2. Método de los filamentos

Los edafólogos con buena práctica en el reconocimiento de la texturas llegan a diferenciar, por el tacto, más de 10 distintas, gracias al reconocimiento de las propiedades básicas de las arcillas (plasticidad con humectación); de los limos (apariencia pulverulenta en estado seco, pero no plástica con humectación); y de las arenas (abrasivas). Si no se posee esa experiencia práctica podemos clasificar la textura mediante los métodos de los filamentos propiciados por Duchaufour (1975), propuestos por Tamés y Peral, (1958) y modificado y recopilado por Cobertera (1993).

#### 2.1. Material y aparatos

- Placa de vidrio deslustrado de 25 cm de lado
- Espátula metálica

#### 2.2. Método de Tamés (Tamés y Peral, 1958)

Se humedece una porción de la tierra hasta alcanzar el "punto de adherencia" y se estira por compresión y por rodamiento, sobre la placa de vidrio, formando un filamento y efectuando las siguientes observaciones:

- 1. ¿Pueden formarse filamentos de 3 mm de diámetro?
- 2. En caso afirmativo ¿pueden arrollarse éstos en anillos, sin resquebrajarse, cuando el filamento tiene una longitud de 10 cm.
- 3. ¿Pueden formarse filamentos de un mm de diámetro (eliminando la arena gruesa a simple vista)?

Con estos datos pueden establecerse los siguientes grupos:

1. Suelos arenosos. No se pueden hacer los filamentos de 3 mm. Contiene menos de 20% de limo más arcilla.

- 2. Suelos areno-limosos y limo arenosos. Pueden hacerse los filamentos de 3 mm, pero no los de un milímetro. Los de 3 mm, se rompen al formar el anillo. Contienen del 20 al 25% de limo más arcilla.
- 3. Suelos limosos. Se pueden hacer los filamentos de 3 mm y de 1 mm. Los de 3 mm se rompen o resquebrajan al intentar formar el anillo. Contienen del 20 al 35% de limo más arcilla.
- 4. Suelos arcillosos. Se pueden hacer los filamentos de 3 mm y de 1 mm, no se rompen ni resquebraja el anillo. Contienen más del 60% de limo más arcilla.

	Arenoso	Areno-limoso Limo-arenoso	Franco	Arcilloso
Pueden formarse fácilmente filamentos de 3 mm Ø	no	si	si	si
En caso afirmativo, pueden arrollarse estos filamentos en anillos, sin resquebrajarse ni romperse cuando el filamento tiene una longitud de 10 cm	-	no	no	si
Pueden formarse filamentos de 1 mm Ø (eliminando la arena gruesa)	-	no	si	si

#### 3. Observaciones

Se define el punto de adherencia cuando el contenido de agua, por pérdida paulatina de fluidez, es el estrictamente preciso para que la masa no se adhiera a la mano. En tal estado es posible cortar la masa plástica con un cuchillo, dejando un corte limpio.

Los ensayos deben repetirse varias veces, poniendo especial cuidado en que la humedad no sea excesiva ni deficiente.

Es necesario insistir en que esta determinación es semi-cuantitativa, válida como descripción de campo, pero para realizar una clasificación del suelo debe realizarse la textura en el laboratorio por el método basado en la Ley de Stokes (ver práctica correspondiente).

En el caso de las texturas limo-arenosa se interpreta, bajo el signo SI-NO, la posibilidad de doblar el filamento de 3 mm, pero con algunas resquebrajaduras.

## 4. Resultados e interpretación

RESULTADOS DE TEXTURA AL TACTO
--------------------------------

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	Método de Tamés
1	
2	
3	
4	

INTERPRETACIÓN:

# PRÁCTICA Nº 5. Distribución del tamaño de partículas del suelo. Método del densímetro de Bouyoucos

#### 1. Introducción

La textura de un suelo expresa el porcentaje en peso, de los varios rangos de tamaños (arcilla, limo y arena) inferiores a 2 mm de las partículas minerales que contiene la tierra fina.

El método se basa en la Ley de Stokes en virtud de la cual una partícula esférica sólida cae en el seno de un medio líquido de densidad menor con velocidad uniforme ya que las fuerzas que intervienen (gravedad y resistencia) se igualan y esta velocidad es función del tamaño de la partícula. Por tanto, el análisis de sedimentación se basa en la relación que existe entre la velocidad de caída de la partícula y su diámetro. A un tiempo dado, las partículas de mayor tamaño se habrán sedimentado y solo quedarán en suspensión las de tamaño menor. Como las partículas son de forma irregular definimos un tamaño efectivo: diámetro de la esfera, cuya densidad y velocidad de sedimentación en un fluido dado, es igual al de la partícula.

#### 2. Determinación de la distribución del tamaño de partícula

El método que se va a utilizar es el del densímetro de Bouyoucos. Dicho densímetro está calibrado para determinar la densidad de la suspensión (g/L), la cual es función de la cantidad de partículas que todavía no se han sedimentado.

El procedimiento para la determinación de la distribución de tamaños de partícula conlleva dos pasos importantes:

- 1. Dispersar los agregados del suelo hasta lograr una completa separación de las partículas individuales, sin agregar.
- 2. Determinar el peso de partículas que tienen rangos de tamaño determinados utilizando un densímetro.

#### 3. Material y aparatos

- Hexametafosfato sódico (50 g/L). Disolver 50 g de Na(PO<sub>3</sub>)<sub>6</sub> en agua y diluir a 1 L.
- Vaso de polietileno de 250 mL
- Probeta de 100 o 200 mL
- Batidora eléctrica con paletas recambiables
- Embudo grande
- Tamiz pequeño de 0,2 mm de luz de malla
- Cápsula de plástico grande
- Densímetro ASTM número 152H, con la escala de Bouyoucos en g/L
- 2 probetas de 1 L graduadas, con la señal de enrase a 36 cm del fondo

- Varilla agitadora de latón
- Alcohol isoamílico

#### 4. Procedimiento

- 1. Pesar 40 g de tierra fina seca al aire (en caso de suelos arcillosos se debería pesar mejor 25 g) en un vaso de precipitados de 250 mL.
- 2. Se añaden 100 mL de la solución dispersante y se deja que se empape durante toda la noche (en el caso de prácticas se puede dejar 10 minutos). Se añade agua hasta la marca de 200 mL y se bate durante 5 minutos.
- 3. A continuación se transfiere el contenido del vaso de precipitado a una probeta de 1 L (que situaremos dentro de la pila) poniendo en la boca de la probeta un embudo grande y encima un tamiz de malla de 0,2 mm para separar la arena mayor de este tamaño. Para transferir toda la tierra se utiliza agua del grifo, ayudándonos de un tapón o del dedo suavemente para que la muestra pase a través del tamiz y procurando que el volumen de la suspensión durante esta operación no supere los 800 mL.
- 4. Con el contenido del tamiz (arenas mayores de 200 μm)
  - 1.1. Seguidamente se transfiere, con ayuda de agua del grifo, la arena retenida a una cápsula de plástico grande en la que eliminaremos todo el material que flota.
  - 1.2. A continuación se transfiere la arena gruesa a una cápsula de aluminio pre-pesada (se anota el peso y en qué balanza se pesó) y se pone en el baño de arena durante 24 horas para eliminar el agua. A las 24 horas se pesa la cápsula con la arena gruesa ISSS (2000 μm-200 μm) para determinar el peso de ésta.

#### 2. Con el contenido de la probeta

- 2.1. El volumen de la suspensión (suelo+dispersante) se enrasa con agua hasta la marca de un L. En el laboratorio se habrá preparado un blanco en otra probeta que consiste en 100 mL de la solución de dispersante y llevado a la marca de 1 L con agua del grifo. Ambas probetas deben estar a la misma temperatura. Anotamos esta temperatura.
- 2.2. Seguidamente introducimos el densímetro en la probeta del blanco y anotamos la lectura del densímetro LO en (g/L).
- 2.3. Colocamos la probeta con la suspensión en la parte posterior de la bancada para ya no volver a moverla. Agitamos la suspensión con la varilla agitadora moviéndola de arriba a abajo para mezclar bien (aproximadamente 10 veces de arriba abajo). En el momento que sacamos la varilla anotamos el tiempo t0 (hora, minutos y segundos).
- 2.4. A los 15 segundos introducimos el densímetro y a los 30 segundos contados desde to=0 leemos la escala del densímetro (lectura Ln que coincide con el borde superior del menisco que rodea el vástago del densímetro). Esta será la lectura L1/2 correspondiente al medio minuto (en el caso de que debido a la espuma formada en la superficie no podamos tomar la lectura del densímetro, añadimos 5 gotas de alcohol isoamílico u otro antiespumante y volvemos a agitar).
- 2.5. Sin sacar el densímetro, tomamos la lectura L1 (para t=60 segundos contados desde to=0). A continuación sacamos el densímetro, lo aclaramos con agua destilada y lo depositamos en el recipiente correspondiente. Para el resto de las lecturas, introducir cuidadosamente el densímetro en la suspensión unos 15 segundos antes de tomar la medida, y hacer lecturas a 3, 10, 30, 90, 360, 480, y 600 minutos (éstas últimas se pueden hacer al día siguiente, volviendo a agitar, por ejemplo a las 8:30

de la mañana (entonces se considera t0) y tomando la lectura a las 6 horas, 8 horas y 10 horas). Los tiempos no tienen por qué corresponder exactamente con estos tiempos, pero sí debemos saber exactamente el tiempo que ha transcurrido desde t0 (cuando agitamos la última vez).

- 2.6. Cuando la temperatura de la suspensión es diferente a 30°C, se debe corregir el parámetro de sedimentación multiplicando por un factor de corrección de la viscosidad. Para ello debemos anotar la temperatura cada vez que hacemos una medida. Se supone que el blanco y la suspensión estarán a la misma temperatura.
- 2.7. Los densímetros ASTM 152H están calibrados a 20°C directamente en términos de concentración de la suspensión del suelo y están expresado en g/L de solución. La corrección de la lectura del densímetro debido al efecto de la temperatura y de viscosidad y densidad de la solución se hace tomando una lectura en blanco. Esta lectura LO se hace inmediatamente después de Ln. La concentración corregida de suelo en suspensión a cualquier tiempo t es C=Ln-Lo donde C se expresa en g/L. Los cálculos se detallan en las tablas siguientes.
- 2.8. Incluir los datos en la tabla correspondiente del manual de prácticas para poder obtener los resultados de % partículas y diámetro equivalente. Las fórmulas se adjuntan en dicha hoja.
- 2.9. Representar gráficamente en papel semilogarítmico los valores de Di en función de %Pi. De la curva resultante hallar los porcentajes de las fracciones arena, limo y arcilla según el sistema USDA. Representar también en el diagrama triangular para determinar la clase textural.

#### **DETERMINACIÓN DE ARENA GRUESA (200-2000 μm, ISSS)**

En caso de que se haya partido de 25 gramos en vez de 40, tenerlo en cuenta para calcular b.

Muestra/ Horizonte	Peso suelo	Peso suelo corregido b	Peso cápsula P <sub>1</sub>	Peso cápsula+ arena gruesa P <sub>2</sub>	Peso arena gruesa (P <sub>2</sub> -P <sub>1</sub> ) =a	% arena gruesa (200-2000μm)
1						
2						
3						
4						

% arena gruesa ISSS = 
$$\frac{a}{b}$$
 x 100

#### Donde:

a = peso de arena gruesa ISSS = (peso cápsula + arena gruesa ISSS) – peso cápsula

b = Peso de suelo corregido (seco a 105°C)= 
$$\frac{Peso\ suelo\ sec\ o\ al\ aire\ (40g)}{100+\%\ H} \times 100$$

% H = % humedad de la muestra de suelo

#### Cálculos para la distribución porcentual del tamaño de partículas

Horizonte:

$$D (\mu m) = \frac{\theta}{\sqrt{t}} x \sqrt{\frac{\eta_{X^{\circ}C}}{\eta_{20^{\circ}C}}}$$

$$\% P = \frac{(L_n - L_0)}{b} x 100$$

Hora h:m:s	Tiempo t <sup>*</sup> (min)	L <sub>n</sub>	Temp T(ºC)	L <sub>0</sub>	(L <sub>n</sub> -L <sub>0</sub> )	θ	$\sqrt{rac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$	$\sqrt{t(\min)}$	DIÁMETRO D(μm)	% EN PESO DE PARTICULAS EN SUSPENSIÓN (con tamaño < D)
t <sub>0</sub> =										
	0,5									
	1									
	3									
	10									

 $t^*$  se cuenta desde que sacamos la varilla de agitación

L<sub>n</sub> es la lectura del densímetro en la suspensión

 $L_0$  es la lectura del densímetro en el blanco a la misma T que  $L_{\rm n.}$ 

 $\theta$  es el parámetro de sedimentación. Se obtiene de la tabla adjunta (TABLA 2) en función de la lectura del densímetro en la suspensión.

El factor de corrección  $\sqrt{\frac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$  se obtiene de la TABLA 1 en función de la temperatura de la suspensión que debe ser la misma que la del blanco.

#### Cálculos para la distribución porcentual del tamaño de partículas

Horizonte:

$$D (\mu m) = \frac{\theta}{\sqrt{t}} x \sqrt{\frac{\eta_{x=0}}{\eta_{20} r_0}}$$

$$%P = \frac{(L_n - L_0)}{b} x 100$$

Hora h:m:s	Tiempo t* (min)	L <sub>n</sub>	Temp T(ºC)	L <sub>0</sub>	(L <sub>n</sub> -L <sub>0</sub> )	θ	$\sqrt{rac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$	$\sqrt{t(\min)}$	DIÁMETRO D(μm)	% EN PESO DE PARTICULAS EN SUSPENSIÓN (con tamaño < D)
t <sub>0</sub> =										
	0,5									
	1									
	3									
	10									

t\* se cuenta desde que sacamos la varilla de agitación

L<sub>n</sub> es la lectura del densímetro en la suspensión.

L<sub>0</sub> es la lectura del densímetro en el blanco a la misma T que L<sub>n</sub>

 $\theta$  es el parámetro de sedimentación. Se obtiene de la tabla adjunta (TABLA 2) en función de la lectura del densímetro en la suspensión.

El factor de corrección  $\sqrt{\frac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$  se obtiene de la TABLA 1 en función de la temperatura de la

suspensión que debe ser la misma que la del blanco.

#### Cálculos para la distribución porcentual del tamaño de partículas

Horizonte:

$$D(\mu m) = \frac{\theta}{\sqrt{t}} \times \sqrt{\frac{\eta_{X^{\circ}C}}{\eta_{20^{\circ}C}}}$$

$$%P = \frac{(L_n - L_0)}{b} \times 100$$

Hora h:m:s	Tiempo t* (min)	L <sub>n</sub>	Temp T(ºC)	L <sub>0</sub>	(L <sub>n</sub> -L <sub>0</sub> )	θ	$\sqrt{rac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$	$\sqrt{t(\min}$	DIÁMETRO D(μm)	% EN PESO DE PARTICULAS EN SUSPENSIÓN (con tamaño < D)
t <sub>0</sub> =										
	0,5									
	1									
	3									
	10									

t\* se cuenta desde que sacamos la varilla de agitación

L<sub>n</sub> es la lectura del densímetro en la suspensión.

L<sub>0</sub> es la lectura del densímetro en el blanco a la misma T que L<sub>n</sub>

 $\theta$  es el parámetro de sedimentación. Se obtiene de la tabla adjunta (TABLA 2) en función de la lectura del densímetro en la suspensión.

El factor de corrección  $\sqrt{\frac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$  se obtiene de la TABLA 1 en función de la temperatura de la

suspensión que debe ser la misma que la del blanco.

Tabla 1: Factor de corrección del diámetro de las partículas para temperaturas diferentes a 30°C (Day, 1965).

т (°С)	$\sqrt{rac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$	т (°С)	$\sqrt{rac{\eta_{x^{\circ}C}}{\eta_{30^{\circ}C}}}$	т (°С)	$\sqrt{rac{oldsymbol{\eta}_{x^{\circ}C}}{oldsymbol{\eta}_{30^{\circ}C}}}$
12	1,24	19	1,13	26	1,04
13	1,23	20	1,12	27	1,04
14	1,21	21	1,10	28	1,02
15	1,19	22	1,09	29	1,01
16	1,18	23	1,08	30	1,00
17	1,16	24	1,07	31	0,99
18	1,14	25	1,05	32	0,98

Tabla 2: Valores de  $\theta$  en función de las lecturas observadas en el densímetro (Day 1965).

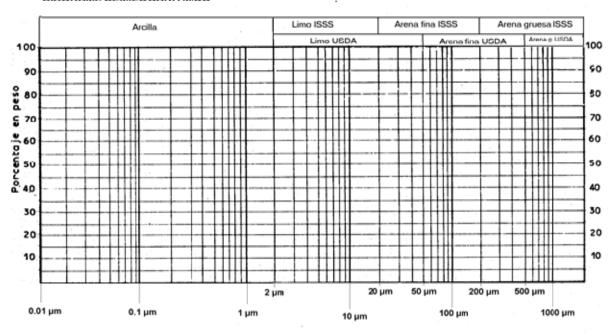
L <sub>n</sub>	Θ						
-5	50,4	7	47,4	19	44,2	31	40,7
-4	50,1	8	47,2	20	43,9	32	40,4
-3	49,9	9	47,0	21	43,7	33	40,1
-2	49,6	10	46,7	22	43,4	34	39,8
-1	49,4	11	46,4	23	43,1	35	39,5
0	49,2	12	46,2	24	42,8	36	39,2
1	48,9	13	45,9	25	42,5	37	38,9
2	48,7	14	45,6	26	42,2	38	38,6
3	48,4	15	45,3	27	41,9	39	38,3
4	48,2	16	45,0	28	41,6	40	38,0
5	47,9	17	44,8	29	41,3		
6	47,7	18	44,5	30	41,0		

L<sub>n</sub> es la lectura del densímetro

 $\theta$  el parámetro de sedimentación. Es función de la profundidad de inmersión del densímetro, de la viscosidad de la solución y de la densidad de la solución y de las partículas.

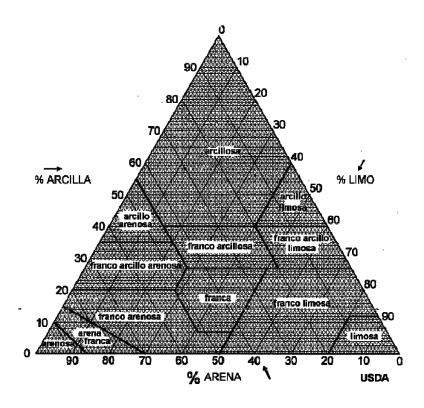
 $(1 \text{ cpoise} = 10^{-3} \text{Kg/m.seg})$ 

#### DIAGRAMA SEMILOGARÍTMICO



Incluir en este diagrama los resultados de todos los horizontes (Porcentaje en peso de partículas de diámetro menor o igual (µm)

#### **CLASES TEXTURALES (USDA)**



### 5. Resultados e interpretación

	RESULTADOS: DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS
Muestra:	
Procedencia:	

#### **CLASIFICACIÓN USDA**

Muestra/	Arcilla	Limo	Arena	Clase
horizonte	%	%	%	textural
1				
2				
3				
4				

#### **CLASIFICACIÓN ISSS**

Muestra/ horizonte	Arcilla %	Limo %	Arena %	Clase textural
1				
2				
3				
4				

INTERPRETACIÓN:

# PRÁCTICA Nº 6. Estimación de la densidad aparente, capacidad de campo y de la porosidad (método aproximado de la probeta)

### 1. Introducción

El suelo como todo cuerpo poroso tiene dos densidades, la densidad real o densidad media de sus partículas sólidas y la densidad aparente teniendo en cuenta el volumen de poros

La densidad real es la relación entre la unidad de peso y la unidad de volumen de la fase sólida del suelo, siendo más o menos constante, ya que está determinado por la composición química y mineralógica de la fase sólida. El peso específico de los componentes del suelo es variado pero dado que la mayor parte de los componentes del suelo (aluminosilicatos, sílice) poseen una densidad que oscila entre 2.6 y 2,7 g/cm³, se adopta como valor medio 2,65 g/cm³ al realizar el análisis granulométrico.

La densidad aparente se define como el peso de una unidad de volumen de suelo que incluye su espacio poroso. Es importante para el manejo de los suelos por reflejar la facilidad de circulación de agua y aire y la compactación. También es un dato necesario para transformar muchos de los resultados de los análisis de los suelos en el laboratorio (expresados en % en peso) a valores de % en volumen en el campo. La densidad aparente de los suelos no cultivados varía generalmente entre 1 y 1,6 g/cm³. La variación es debida en su mayor parte a las diferencias en el volumen total de poros por textura y estructura.

La porosidad del suelo es el volumen ocupado por las fases líquida y/o gaseosa. Posee gran importancia en la penetración radicular, percolación del agua, difusión de los gases, etc. Puede ser calculada a partir de la densidad real y aparente y resulta de la suma de la porosidad capilar (relacionada con retención de humedad) y de la porosidad no capilar (intercambio gaseoso). La relación de la macroporosidad/porosidad total indicará si la aireación es suficiente o deficiente de una manera global.

La capacidad de campo es el contenido de agua o humedad que es capaz de retener el suelo una vez saturado y después de haber drenado libremente y evitando la pérdida por evapotranspiración hasta que el potencial hídrico del suelo se estabilice (alrededor de 24 a 48 horas después de la lluvia o riego).

### 2. Materiales

- Probeta (100 mL)
- Vaso de 100 mL para pesar
- Balanza (0,1 g)
- Espátula o cuchara

### 3. Técnica operativa

Pesar 100 g de tierra fina y seca al aire. El suelo se introduce poco a poco en la probeta procurando que la muestra quede homogénea. Para ello, añadimos la muestra a cucharadas y damos unos golpecitos contra la bancada después de cada aporte para asegurarnos que no quedan espacios sin rellenar, podemos ayudarnos de una varilla metálica sin compactar la muestra. Anotamos el volumen que ocupa la muestra en la probeta  $V_1$ .

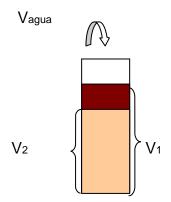
A continuación, añadimos un volumen V de agua que no sobrepase la capacidad de campo del suelo contenido en la probeta (por ejemplo 3 mL para suelos arenosos o 5 mL para suelos arcillosos). Esta adición se realizará añadiendo el agua al centro de la probeta con una bureta poco a poco. Cuando el agua se infiltra en el suelo, cubrir con papel la probeta para evitar la evaporación.

Transcurridas 24 horas, el agua habrá drenado libremente, dejando en condiciones de capacidad de campo la zona superior de la columna de suelo. Medimos el volumen de suelo que está seco  $V_2$ . La diferencia  $(V_1 - V_2)$  será la zona de la columna de suelo que está en condiciones de capacidad de campo.

### 4. Cálculos

Mediante un cálculo simple determinamos la humedad volumétrica a capacidad de campo basándonos en que un volumen de agua añadida V (cm³) pone en condiciones de capacidad de campo un volumen de suelo  $(V_1-V_2)$  (cm³). A su vez este volumen  $V_1$  pesa 100 g.

%
$$H_v$$
 (a capacidad de campo) = %  $\theta_{cc} = \frac{V}{V_1 - V_2} \times 100$ 



### 5. Estimación de la densidad aparente de la tierra fina

La densidad aparente de la tierra fina se estima considerando el volumen ocupado por los 100 g de tierra fina seca. Por tratarse de una estimación, no se tiene en cuenta el agua que contiene el suelo seco al aire. En caso de humedad del suelo relativamente elevada debe realizarse la oportuna corrección.

$$da = \frac{Peso \ del \ suelos \ seco}{V_1} \left( \frac{g \ de \ suelo}{\varepsilon m^3 \ de \ suelo} \right)$$

### 6. Estimación de la humedad gravimétrica a capacidad de campo

A partir de la humedad volumétrica a capacidad de campo y la densidad aparente se puede obtener la humedad gravimétrica a capacidad de campo:

$$\%H_{g}$$
 (a capacidad de campo) =  $\%$   $\omega_{co} = \frac{V_{1}}{V_{1} - V_{2}} \times V$ 

### 7. Estimación de la porosidad

Se puede hacer una estimación grosera de la porosidad utilizando la densidad aparente estimada y considerando que la densidad real es 2,65 g/cm<sup>3</sup>:

$$\%P = \left(1 - \frac{d_a}{d_r}\right) \times 100$$

En todas las estimaciones debemos tener en cuenta que estamos trabajando con muestra alterada, y disgregada por lo que el espacio poroso se encuentra alterado y por tanto todas las propiedades que dependen de ello.

### 8. Resultados e interpretación

**RESULTADOS: DENSIDAD APARENTE, CAPACIDAD DE CAMPO Y POROSIDAD** 

Muestra:

Procedencia:

Muestra/	V <sub>1</sub>	V (mL)	V <sub>2</sub>	da (g/cm³)	dr (g/cm³)	P (%)	capacidad de campo
		(1112)		,	,	, ,	(% ω <sub>cc</sub> )
1					2,65		
2					2,65		
3					2,65		
4					2,65		

INTERPRETACIÓN:

## PRÁCTICA Nº 7. Determinación del pH del suelo en agua y en cloruro potásico

#### 1. Introducción

El pH se define como el logaritmo decimal del recíproco de la concentración molar de iones hidrógeno.

$$pH = \log \frac{1}{[H^+]} = -\log [H^+]$$

La **acidez del suelo** está condicionada por la presencia de protones  $(H^{\dagger})$  o hidrogeniones  $(H_3O^{\dagger})$  presentes en el suelo. Cuantitativamente, la acidez puede expresarse en mmol de  $H^{\dagger}$  por 100 g de suelo y por el valor del pH. El pH de los suelos puede variar de 2 (suelos con sulfuros que se oxidan a ácido sulfúrico) hasta aproximadamente 10 (suelos que contienen sales alcalinas como carbonato sódico). Entre estos dos extremos se encuentran la mayoría de los suelos, con pH comprendidos entre 5 y 9.

Según el estado en que los iones hidrógeno se encuentran en el suelo, se distinguen las siguientes especies de acidez: actual y potencial.

Para establecer la acidez del suelo se determina el valor del pH de la solución acuosa y/o de la solución salina. El valor del pH de la solución acuosa caracteriza la acidez actual, y el valor del pH de la solución salina, la acidez potencial. La acidez actual puede aumentar a costa de los H<sup>+</sup> del complejo de cambio.

Los iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> en solución están en relación con los protones no disociados, fijados a la matriz orgánico-mineral del suelo, que se comporta como un ácido débil (HA):

$$HA (suelo) + H_2O \Rightarrow A- (suelo) + H_3O^+$$

Este equilibrio se puede desplazar hacia la derecha por acción de una solución salina de fuerza iónica suficiente. Para ello se toma normalmente una solución de KCl 0,1N, y así se determina el pH en KCl, o pH de intercambio:

$$HA (suelo) + K^{+} \leftrightarrows KA (suelo) + H_3O^{+}$$

El catión  $K^{+}$  sustituye parte de los protones de cambio que tiene el suelo. Si lo tenemos bastante tiempo obtendremos todos los protones de cambio y la medida del pH dará inferior a la obtenida en agua.

Si hay aluminio en el suelo, el  $K^+$  puede desplazar al aluminio, que también afecta a la medida de la acidez. Generalmente el pH de la extracción salina es más bajo que el pH de la extracción acuosa de (0,1 a 1 unidad de pH), salvo en los suelos que contengan coloides electropositivos.

El conocimiento del valor del pH de la extracción salina es muy importante si se desea corregir la excesiva acidez del suelo mediante un encalado. La acidez de intercambio también se debe tener en cuenta cuando se emplean fertilizantes minerales.

El pH influye sobre la movilidad de los diferentes fragmentos nutrientes del suelo. En unos casos al aumentar la acidez disminuirá la solubilidad, con lo que las plantas no podrán absorberlos. En otros, el aumento de solubilidad, debido a la acidez, hará que la concentración alcance niveles de toxicidad, como por ejemplo es el caso del aluminio.

El valor del pH se puede determinar por los métodos colorimétrico y potenciométrico. El primero permite determinar el pH en las soluciones incoloras y transparentes. Por los métodos electrométricos se puede determinar el pH en las soluciones transparentes y en las soluciones turbias, e incluso directamente en las suspensiones del suelo.

El principio de esta determinación es la medida del potencial eléctrico que se crea en la membrana de vidrio de un electrodo, este potencial es función de las actividades de iones hidrógeno a ambos lados de la membrana, utilizando como referencia un electrodo de calomelanos como puente salino.

### 2. Material y aparatos

- Balanza analítica de precisión
- Potenciómetro (pH-metro) y un juego de electrodos de vidrio y calomelanos
- Vasos o contenedores de 100 mL
- Varillas agitadoras o agitador magnético
- Cucharas
- Probeta de 50 mL
- Pipeta de 50 mL

### 3. Reactivos

- Disoluciones tampón de pH 4 y pH 7 (sacarlos de la nevera con tiempo para atemperar)
- Solución de KCI 1 N. Disolver 7,456 g de KCl en 500 mL de agua desionizada y diluir hasta 1 L

## 4. Procedimiento para la determinación del pH del suelo en agua y en KCl en suspensiones suelo/agua 1:2,5

- A) Ajuste del potenciómetro medidor del pH
  - 1. Conectar el potenciómetro medidor de pH a la fuente de alimentación de corriente eléctrica que le corresponda
  - 2. Ajustar eléctricamente el aparato, y se calibra siguiendo las instrucciones de su fabricante
  - 3. Lavar los electrodos con agua desionizada y se secan cuidadosamente con un papel de filtro, estando así dispuesto para su utilización
- B) Determinación del pH en agua
  - 1. Pesar 20 g de suelo en un vaso de 100 mL y se añaden 50 mL de agua desionizada con dosificador
  - 2. Agitar durante 5 minutos con agitador magnético o 10 minutos con agitación mecánica

- 3. Dejar reposar durante 30 minutos. Se vuelve a agitar inmediatamente antes de la lectura con la varilla de vidrio
- 4. Cuidadosamente se introducen en la suspensión los electrodos
- 5. Conectar el potenciómetro medidor de pH de forma que aparezca el valor correspondiente al pH de la solución en que se encuentran sumergidos los electrodos
- 6. Anotar el pH indicado por el aparato, cuando deje de oscilar
- 7. Extraer los electrodos de la suspensión, se lavan con agua desionizada y se secan con un papel de filtro

### C) Determinación del pH en KCl 0,1N

- 1. Pesar 20 g de suelo en un vaso de 100 mL y añadir 50 mL de KCI 0,1 N.
- 2. Agitar durante 5 minutos con agitador magnético o 10 minutos de agitación mecánica.
- 3. Dejar reposar 30 minutos. Se vuelve a agitar inmediatamente antes de la lectura.
- 4. Introducir cuidadosamente en la suspensión los electrodos.
- 5. Conectar el potenciómetro medidor de pH de forma que aparezca el valor correspondiente al pH de la solución en que se encuentran sumergidos los electrodos.
- 6. Anotar el pH indicado por el aparato, cuando éste deje de oscilar.
- 7. Extraer los electrodos de la suspensión, se lavan con agua desionizada y se secan con un papel de filtro.

### 5. Resultados e interpretación

RESULTADOS: RESULTADOS: ACIDEZ DEL SUELO (pH) (extracto 1/2,5)	

Muestra:

Procedencia:

Muestra/	рН	рН
horizonte	Extracto suelo/agua: 1/2,5	Extracto suelo/KCI: 1/2,5
1		
2		
3		
4		

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

## PRÁCTICA Nº 8. Determinación de la conductividad eléctrica de las soluciones

### 1. Principio

La conductividad eléctrica (CE) de una disolución puede definirse como la capacidad de ésta para transmitir la corriente eléctrica, y dependerá, además del voltaje aplicado, del tipo, número, carga y movilidad de los iones presentes y de la viscosidad del medio en el que éstos han de moverse.

Se usa comúnmente para indicar la concentración total de componentes ionizados en las distintas soluciones y es proporcional al contenido de sales disueltas. Está íntimamente relacionado con la suma de cationes o aniones que se determinen químicamente y en general tiene correlación estrecha con los sólidos totales disueltos.

Como la viscosidad de un líquido disminuye con la temperatura, la facilidad de transporte iónico y por tanto la conductividad eléctrica aumentará a medida que se eleva la temperatura. Por este motivo la medida se estandarizará a 25°C.

Cuando la medida no se realice a esta temperatura y el conductímetro no posea compensación automática de la misma, se usan unos factores de conversión que existen tabulados para cualquier temperatura (tabla 3).

Habitualmente se hace la medida en un extracto 1/5 (P/V) o en extracto de saturación (C.E.e). Es una determinación rápida y relativamente precisa que no altera ni consume la muestra.

La unidad clásica de medida es el mhos/cm. Esta unidad es demasiado grande, por lo que se usa el mmhos/cm y el  $\mu$ mhos/cm. El Sistema Internacional ha propuesto el empleo del Siemens (S) en lugar del mhos.

#### 1dS/m=1mS/cm=1mmhos/cm

El principio de esta determinación consiste en medir la mayor o menor facilidad que presenta una solución para conducir la corriente eléctrica, facilidad que está en relación directa con la mayor o menor cantidad de sales disueltas que contenga.

### 2. Material y aparatos

- Balanza analítica de precisión o granatario de dos decimales
- Conductímetro
- Agitador magnético
- Vaso de precipitados de 100 mL o contenedores del mismo volumen
- Varilla de vidrio
- Papel de filtro (normal)
- Pie metálico con aro para sujetar el embudo

### 3. Procedimiento

- 1. Pesar 10 g de tierra desecada al aire, introduciéndola en un vaso de precipitados de 100 mL de capacidad.
- 2. Añadir 50 mL de agua desionizada.
- 3. Agitar la suspensión con agitador mecánico durante 30 minutos para que se equilibre la solución (o 5 minutos en agitador magnético).
- 4. Dejar en reposo durante unos minutos.
- 5. Filtrar a través de un papel de filtro y desechar los primeros 5 mL.
- 6. Añadir una gota de hexametafosfato sódico del 0,1% por cada 25mL que se hayan filtrado para evitar la precipitación de CaCO<sub>3</sub>.
- 7. Medir introduciendo el electrodo del conductímetro en el vaso de precipitados.

### 4. Cálculos

Se hace la medida de la conductividad en un extracto 1/5 y se estandariza a 25°C, si el conductímetro no hace la corrección de manera automática, aplicando la siguiente fórmula y los factores de conversión que aparecen en la tabla 3:

$$C.E._{25} = C.E._{t} * f_{t}$$
 t = temperatura ambiente

Si la  $C.E_{1/5}$  es menor de 0,35 dS/m, por no tener exceso de sales, no es necesario preparar el extracto de saturación.

Si la  $C.E_{1/5}$  es mayor de 0,35 dS/m, se prepara el extracto de saturación y se vuelve a medir la conductividad.

La medida de la conductividad en extracto de saturación se puede calcular en el laboratorio y de manera menos precisa aplicando la siguiente fórmula a la medida de  $C.E_{1/5}$ :

$$C.E._e = 7,351$$

$$C.E_{1/5} - 0,568$$

Tabla 3. Factor de corrección de la conductividad eléctrica en extractos de suelo medidos a temperatura ambiente y sus valores a 25°C.

	f <sub>t</sub>	°C	f <sub>t</sub>	°C	f <sub>t</sub>
3.0	1.709	22.0	1.640	29.0	0.925
4.0	1.660	22.2	1.060	29.2	0.921
5.0	1.613	22.4	1.055	29.4	0.918
6.0	1.569	22.6	1.051	29.6	0.914
7.0	1.528	22.8	1.047	29.8	0.911
8.0	1.488	23.0	1.043	30.0	0.907
9.0	1.448	23.2	1.038	30.2	0.904
10.0	1.411	23.4	1.034	30.4	0.901
11.0	1.375	23.6	1.029	30.6	0.897
12.0	1.341	23.8	1.025	30.0	0.894
13.0	1.309	24.0	1.020	31.0	0.890
14.0	1.277	24.2	1.016	31.2	0.887
15.0	1.247	24.4	1.012	31.4	0.884
16.0	1.218	24.6	1.008	31.6	0.880
17.0	1.189	24.8	1.004	31.8	0.877
18.0	1.163	25.0	1.000	32.0	0.873
18.2	1.157	25.2	0.996	32.2	0.870
18.4	1.152	25.4	0.992	32.4	0.867
18.6	1.147	25.6	0.988	32.6	0.864
18.8	1.142	25.8	0.983	32.8	0.861
19.0	1.136	26.0	0.979	33.0	0.858
19.2	1.131	26.2	0.975	34.0	0.843
19.4	1.127	26.4	0.971	35.0	0.829
19.6	1.122	26.6	0.967	36.0	0.815
19.8	1.117	26.8	0.964	37.0	0.801
20.0	1.112	27.0	0.960	38.0	0.788
20.2	1.107	27.2	0.956	39.0	0.775
20.4	1.102	27.4	0.953	40.0	0.763
20.6	1.097	27.6	0.950	41.0	0.750
20.8	1.092	27.8	0.947	42.0	0.739
21.0	1.087	28.0	0.943	43.0	0.727
21.2	1.082	28.2	0.940	44.0	0.716
21.4	1.078	28.4	0.936	45.0	0.705
21.6	1.073	28.6	0.932	46.0	0.694
21.8	1.068	28.8	0.929	47.0	0.683

 $C.E._{25} = C.E._t * f_t$  t = temperatura ambiente

### 5. Resultados e interpretación

RESULTADOS: CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA (extracto 1/5)	
Muestra:	

Procedencia:

Muestra/horizonte	Temperatura (°C)	Factor de corrección	CE suelo/agua: 1/5 (dS/m)
1			
2			
3			
4			

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### PRÁCTICA Nº 9. Extracto de Saturación: pH y CEs

### 1. Introducción

Se dice que un suelo está saturado de agua cuando todos sus poros están ocupados por agua. En el laboratorio reproducimos esta situación realizando lo que se denomina "pasta saturada". Cuando extraemos esta agua a vacío obtenemos el extracto de saturación en el que podemos determinar los iones solubles, el pH y la conductividad eléctrica. Es el extracto más reproducible que podemos obtener.

#### 2. Materiales

- Probeta (100 mL)
- Cápsula de plástico o porcelana
- Balanza (0,1 g)
- Espátula o cuchara
- Sistema de vacío
- Quitasato
- Tubo colector

### 3. Técnica operativa

Para poder obtener el extracto de saturación, antes realizamos una pasta saturada.

Para ello pesar 100 gramos de muestra seca al aire en una cápsula de plástico y añadir 20 mL de agua destilada con la probeta, previamente enrasada a 100 mL, mientras lo removemos con una espátula para ayudar a que la muestra se sature y a que el aire retenido en los poros llegue a la superficie. Añadir agua poco a poco y remover hasta llegar a saturación.

De vez en cuando, golpeamos con suavidad la cápsula contra la bancada para ver si hemos llegado a saturación.

Al llegar a la saturación:

- la pasta brilla por la reflexión de la luz
- la superficie de la cápsula está limpia
- cuando inclinamos la cápsula la pasta fluye ligeramente, y la pasta se desliza fácilmente por la espátula
- si hacemos un corte en la superficie con la espátula y luego agitamos de forma brusca, el corte se cierra, apareciendo el brillo otra vez
- no debe haber agua acumulada en la superficie

Es conveniente controlar la cantidad de agua añadida de dos formas: anotando el agua gastada en la probeta o pesando la cápsula con suelo al comienzo y cuando ya se ha terminado de hacer la pasta.

### 4. Cálculos de la humedad de saturación

$$Hs = \frac{mL \text{ agua utilizadas}}{pesa \text{ de la muestra seca (g)}} \times 100$$

### 5. Resultados e interpretación

RESULTADOS: PH Y CONDUCTIVIDAD EN EXTRACTO DE SATURACIÓN. HUMEDAD DE SATURACIÓN

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ Horizonte	KCI	рН	agua	CE a 25°C (dS/m)  1:5  Extracto de saturación		Humedad Saturación	
	1:2,5	1:2,5	Extracto de saturación			(mL/100g)	
1							
2							
3							

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

## PRÁCTICA Nº 10. Determinación del carbonato cálcico equivalente

### 1. Introducción

La determinación de los carbonatos totales en un suelo tiene interés por su valor diagnóstico de diversas propiedades del suelo (estructura, actividad biológica, bloqueo de nutrientes, etc.). Sin embargo, el contenido total no da una idea exacta de la importancia que los carbonatos tienen en los procesos químicos del suelo. Por este motivo, en aquellos casos en que el análisis de los carbonatos sea positivo y superior al 15% se deberá completar la información dada por el análisis de carbonatos totales con el análisis de la caliza activa (ver práctica nº 11).

Si el porcentaje de caliza activa es menor del 15% no se suelen presentar problemas para los cultivos. Los porcentajes superiores al 35-40% pueden ocasionar problemas de productividad, especialmente si dichos niveles se encuentran en el horizonte superficial.

Los resultados de pH y de carbonatos totales están relacionados. En los suelos ácidos no hay presencia de carbonatos, excepto si han sido encalados recientemente. Los suelos ricos en carbonatos y con pH próximo a 8 suelen contener mucho carbonato cálcico mientras que en los suelos con altos contenidos en carbonatos y pH superior a 8,5 el carbonato predominante suele ser el sódico.

Los carbonatos tienen una acción positiva sobre la estructuración del suelo y sobre la actividad microbiana, aunque un exceso de carbonatos puede ocasionar problemas en la nutrición de las plantas por antagonismo con otros fragmentos.

Un exceso de carbonatos puede provocar un bloqueo en formas insolubles de microfragmentos como el Fe, Mn, Zn, Cu, dando lugar a enfermedades carenciales. También se puede provocar la retrogradación del fósforo a formas insolubles. De forma parecida se pueden ver afectados el K y el Mg.

Para compensar estos efectos negativos provocados por el exceso de carbonatos, en el abonado se deberá aportar según sea el caso, cantidades variables de quelatos de Fe, fertilizantes de fósforo y de potasio y/o abonado orgánico en mayor cantidad.

El conocer el contenido de carbonatos totales, también tiene interés desde un punto de vista taxonómico, para poder definir los horizontes cálcicos y petrocálcicos de acuerdo con los criterios del Soil Taxonomy System.

El principio de esta determinación es el siguiente: al tratar con ácido clorhídrico un suelo que contenga carbonatos, se desprende CO<sub>2</sub>, según la siguiente reacción:

$$CaCO_3 + 2HCI \rightarrow CO_2 + CaCl_2 + H_2O$$

Si dicha reacción se lleva a cabo en un dispositivo cerrado (calcímetro), a presión y temperatura constantes y no se desprenden otros gases, la medida del volumen de CO<sub>2</sub> desprendido permitirá calcular el contenido en carbonatos.

En esta práctica se comparan los volúmenes del  $CO_2$  desprendidos por pesos conocidos de del suelo que se analiza y de carbonato cálcico puro, en las mismas condiciones de temperatura y presión atmosférica.

### 2. Material y aparatos

- Balanza analítica de precisión
- Agitador magnético
- Matraces erlenmeyer de 500 mL
- Pequeños tubos de ensayo de 10 mL de capacidad
- Pinzas para introducir los tubos
- Calcímetro de Bernard
- Cuenta gotas

#### 3. Reactivos

- Ácido clorhídrico del 10%. Prepararlo en el siguiente orden: 10 mL de HCl concentrado y 100 mL de agua desionizada
- Carbonato cálcico perfectamente seco
- Solución saturada de NaCl y CO₂. Disolver 100 g de NaCl y 1 g de NaCO₃H en 350 mL de agua.
   A esta disolución se agrega, poco a poco, ácido sulfúrico diluido (aproximadamente 1M) hasta débil reacción ácida, y unas gotas de rojo de metilo. Agitar, por último, hasta eliminación del exceso de CO2. Con esta solución se llena el calcímetro
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M: disolver 5,6 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en agua destilada y aforar a 100 mL con ella
- HCl 50%: 50 mL de HCl y 50 mL de H<sub>2</sub>O desionizada

### 4. Procedimiento

- 1. Hacer una prueba previa en una placa de porcelana. Añadir al suelo HCL 50% y según sea la efervescencia más o menos violenta utilizar más o menos suelo en la práctica.
- 2. Pesar de 0,5 g (en tierras muy calizas) a 5 g (en tierras muy pobres en cal) en un matraz erlenmeyer de 500 mL de capacidad (molida en el mortero).
- 3. Humedecer la muestra con unos mL de agua desionizada con ayuda de un cuenta gotas.
- 4. Introducir en el erlenmeyer, con unas pinzas, el tubito de vidrio, con 10 mL de HCl del 50%, verticalmente, cuidando que no se derrame.
- 5. Descolgar la ampolla e igualar los niveles de la ampolla y la columna. Anotar el volumen inicial (V inicial) y tapar el matraz con el tapón de goma conectado al calcímetro.
- 6. Inclinando el erlenmeyer, que se mantiene sujeto por la boca con unas pinzas, verter de forma progresiva el ácido sobre la muestra, agitando suavemente para favorecer el ataque.
- 7. Descolgar la ampolla del calcímetro siguiendo con su nivel el que se produce por la presión del  $CO_2$  en la columna.
- 8. Agitar el matraz hasta que se logre el cese de la reacción por agotamiento de los carbonatos (el nivel del agua del tubo permanecerá estacionario).
- 9. Igualar a la misma altura los meniscos y leer en la bureta el volumen de  $CO_2$  desprendido (V=  $V_{final}$   $V_{inicial}$ ). Coger el erlenmeyer con una pinza de madera, porque si no la temperatura de la mano modifica el equilibrio interno según:  $P \cdot V/T = P' \cdot V'/T'$

10. Repetir la prueba: 0,2 g de carbonato cálcico puro y seco y leer el volumen de CO<sub>2</sub> desprendido (V').

### 5. Cálculos

% de  $CaCO_3$  equivalente = 100 (V\*P'/V'\*P) P = peso de la muestra.

V = volumen de CO<sub>2</sub> desprendido por la muestra de tierra. P' = peso de CaCO<sub>3</sub> puro.

V' = volumen de CO<sub>2</sub> desprendido por el CaCO<sub>3</sub> patrón.

#### **Errores**

El error más frecuente es que no se cierre la llave del calcímetro, con lo cual todo el gas desprendido se escapa al exterior. Otro error frecuente es que el tubito con el ácido vierta algo de su contenido al introducirlo en el erlenmeyer, provocando la reacción con el carbonato antes de tiempo. Debido a que lo que se está midiendo son volúmenes de gases desprendidos y a que éstos dependen de la temperatura, la forma de manejar el erlenmeyer es cogiéndolo siempre por su boca. El aporte de calor de la mano hace que el gas contenido en el erlenmeyer se caliente y expanda, produciendo una lectura falsa.

En último lugar hay que señalar que en la muestra además de CaCO<sub>3</sub> puede haber también MgCO<sub>3</sub>. La dolomita es (Ca,Mg)CO<sub>3</sub> y es frecuente en suelos básicos. Éste último también reacciona con el HCl, pero de forma más lenta, de tal manera que nivelar el depósito móvil con la escala resulta más complicado. Debemos esperar hasta el final porque estamos determinando carbonatos totales.

### 6. Resultados e interpretación

RESULTADOS: CARBONATOS CÁLCICO EQUIVALENTE TOTALES

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	Reacción al HCl (mucha, poca, nada)	Peso de la muestra o del CaCO₃ puro (g)	Lectura del calcímetro	CaCO₃ equivalente (%)
Patrón de CaCO₃	mucha	P'=	V'=	
1		P1=	V 1=	
2		P2=	V2=	
3		P3=	V3=	
4		P4=	V4=	

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### PRÁCTICA Nº 11. Determinación de la caliza activa

### 1. Introducción

La velocidad de disolución del carbonato cálcico es función de la dureza y del tamaño de sus partículas. A dureza igual, la velocidad de disolución aumenta con la finura de grano. En suelos ricos en carbonato cálcico y una gran concentración de Ca<sup>+2</sup> en solución, los cultivos presentan con frecuencia síntomas de deficiencias de Fe y/o Mn, que se manifiestan por la tonalidad amarillenta de sus hojas (falta de clorofila). A este fenómeno se le denomina clorosis. El poder clorosante de un suelo, que depende de la facilidad de entrada del calcio en solución entre otros motivos, dependerá de la naturaleza y de la cantidad de caliza que contenga y del tamaño de sus partículas.

La caliza puede entrar a formar parte de las distintas fracciones granulométricas del suelo. Sin embargo, sólo las fracciones más finas, por ser las más activas químicamente, serán las que interferirán en el normal desarrollo de las plantas. Estas fracciones finas se acotan superiormente en 50 micras, fracción que recibe el nombre de caliza activa.

El objetivo del presente análisis reside en determinar esta fracción, para utilizarla como índice para diagnosticar los riesgos de clorosis que puede suponer un determinado suelo para cultivos sensibles. Sin embargo, no hay que olvidar que además de la caliza activa, hay otros factores que pueden dar origen a un bloqueo de la clorofila, con la consiguiente aparición de clorosis, como el contenido en arcilla, exceso de ciertos iones, elevada humedad del suelo (lluvias primaverales), enterrado de materias orgánicas fermentables, etc., lo que dificultará la interpretación.

El principio de esta determinación es el siguiente:

La caliza activa se calcula por una dosificación gasométrica de CO₂ del carbonato amónico formado al reaccionar el carbonato cálcico activo con el oxalato amónico en disolución.

$$CaCO_3 + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow (NH_4)_2CO_3 + CaC_2O_4 + (NH_4)_2C_2O_4$$
  
 $(NH_4)_2CO_3 + HCI \rightarrow CO_2 + 2NH_4CI + H_2O$ 

Con este método es posible la determinación del carbonato de calcio activo aun en suelos que contengan yeso y materia orgánica.

### 2. Material y aparatos

- Balanza analítica de precisión
- Agitador magnético
- Calcímetro de Bernard.
- Erlenmeyer de 500 mL
- Pipeta de 25 mL
- Pinzas para introducir los tubos

### 3. Reactivos

- Solución de oxalato amónico, aproximadamente 0,2 N. Disolver 14,212 g de oxalato amónico en 1 L de agua desionizada.
- Ácido clorhídrico (1:1; 50 mL de HCl cc en 50 mL de agua desionizada).
- Carbonato cálcico puro.

### 4. Procedimiento

- 1. Hacer una prueba previa. Añadir al suelo HCl 50% y según sea la efervescencia más o menos violenta añadir más o menos suelo.
- 2. Pesar según el contenido en caliza de la muestra, de 2,5 a 10 g de tierra fina.
- 3. Introducir la muestra de suelo en un erlenmeyer de 500 mL.
- 4. Añadir exactamente 250 mL de solución de oxalato amónico (0,2N).
- 5. Agitar mecánicamente durante 2 horas.
- 6. Filtrar, desechando los primeros filtrados.
- 7. Del filtrado recogido, tomar 25 mL, pasarlos a un erlenmeyer de 250 mL y proceder con el ácido clorhídrico por el método del calcímetro de Bernard, colocando en el tubo de ensayo 10 mL de HCl al 50% y anotando el volumen de CO<sub>2</sub> desprendido (V).
- 8. Proceder de igual forma con una muestra de unos 0,1 g de carbonato cálcico puro (P') y anotar el volumen de CO<sub>2</sub> desprendido (V').
- 9. Expresar el contenido en caliza activa en %.

### 5. Cálculos

El contenido en caliza activa expresado en 1000 gramos de suelo:

$$o/_{UU}$$
 Cacoz = 1000 x  $\frac{V}{V'}$ .  $\frac{P'}{P}$ 

En donde:

P = peso en g de la muestra de suelo

P' = peso en g de CaCO<sub>3</sub>

V = volumen de CO<sub>2</sub> desprendido por el extracto de la muestra

V' = volumen de CO<sub>2</sub> desprendido por el CaCO<sub>3</sub> patrón

### 6. Resultados e interpretación

|--|

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	Reacción al HCl (mucha, poca, nada)	P, P´ (g)	V, V´ (mL)	Caliza activa (‰)
Patrón de CaCO₃	mucha	P'=	V'=	
1		P1=	V 1=	
2		P2=	V2=	
3		P3=	V3=	
4		P4=	V4=	

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### PRÁCTICA Nº 12. Determinación de la materia orgánica total

### 1. Introducción

El carbono orgánico proviene de los seres vivos. Lo podemos encontrar formando distintos compuestos en el suelo que se pueden agrupar según su grado de transformación:

- 1. materia orgánica fresca (MOF); la componen constituyentes orgánicos de bajo, medio y elevado peso molecular, desde los polisacáridos a la celulosa y lignina
- 2. la denominada materia orgánica del suelo (MOS) o humus del suelo, se refiere a la MOF en estado evolucionado y en equilibrio con los factores ecológicos del medio. Esta materia orgánica del suelo (MOS) puede estar a su vez constituida por la materia orgánica humificada (MOH) y materia orgánica no humificada (MONH). Esta última sería los restos de MOF que no han sido plenamente transformados por los organismos y todavía no han sido completamente incorporados.

Básicamente, se distinguen dos grupos de métodos para la determinación de carbono en suelos: los que se fundamentan en reacciones redox, oxidando por vía húmeda el carbono orgánico y los que se basan en la combustión seca, valorando después el dióxido de carbono liberado o la pérdida de peso de la muestra. El método aquí descrito, de combustión seca oxida toda la materia orgánica a CO<sub>2</sub>. La pérdida de peso se asocia con la pérdida de MO quedando solo los restos minerales. El método tiene alguna interferencia como pérdida de algunas sustancias volátiles que no son MO.

### 2. Método de la pérdida de peso por ignición (LOI)

La determinación de la materia orgánica se realiza por el método de pérdida de peso por ignición (LOI). El método se basa en la ignición de una porción del suelo seco y molido en un horno de mufla a 400°C. A esta temperatura se produce la pérdida de la materia orgánica del suelo en forma gaseosa, principalmente como CO<sub>2</sub> y vapor de agua.

En primer lugar se secan tres crisoles, previamente numerados en su base con lápiz de grafito, en un horno de mufla a 400°C durante dos horas. Transcurrido este período de tiempo, cuando la mufla se puede abrir, usando guantes resistentes a la temperatura y pinzas, se sacan los crisoles y se dejan en un desecador hasta que alcanzan temperatura ambiente.

Seguidamente, se pesan los crisoles vacíos (m<sub>0</sub>) en una balanza de precisión de 0,1 mg y se anotan los resultados. Se pesan aproximadamente 20 gramos de suelo seco al aire en cada crisol, y se anotan de nuevo los datos obtenidos (m<sub>01</sub>). Se introducen los crisoles con las muestras de suelo en el horno mufla y se programa la siguiente curva de temperaturas para alcanzar los 400°C de forma escalonada: 15 minutos 100°C, 15 minutos 200°C, 15 min 300°C y, finalmente, 16 horas a 400°C. Finalizado el programa, se dejan los crisoles en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente. Finalmente se realiza una nueva pesada (m<sub>2</sub>) de los crisoles en la balanza de precisión de 0,1 mg.

El contenido en materia orgánica será:

$$96\ MO = \frac{m_1-m_2}{m_1-m_0} \times 100$$

### Donde:

m<sub>0</sub> = peso en gramos del crisol

m<sub>1</sub> = peso en gramos del crisol y la muestra seca a 105°C

m<sub>2</sub> = peso en gramos del crisol y la muestra tras su incineración

Peso crisol 400°C (vacío) m <sub>0</sub>	
Peso crisol + suelo seco al aire m <sub>01</sub>	
Peso crisol + suelo seco 105°C m <sub>1</sub> (descontar la humedad correspondiente)	$% MO = \frac{m_1 - m_2}{x_1^2 + x_2^2} \times 100$
Peso crisol + cenizas a 400 °C m <sub>2</sub>	$m_1 - m_0$
Peso suelo seco a 105°C (m <sub>1</sub> -m <sub>0</sub> )	
Peso de cenizas (m <sub>2</sub> -m <sub>0</sub> )	

### 3. Resultados e interpretación

	RESULTADOS: INIATERIA ORGANICA TOTAL						
Muestra: Procedencia	:						
Muestra/ horizonte	m <sub>o</sub> (g)	m <sub>01</sub> (g)	M (g)	M <sub>2</sub> (g)	(m <sub>1</sub> -m <sub>0</sub> ) (g)	(m <sub>2</sub> -m <sub>0</sub> ) (g)	MO (%)
1							
2							

INTERPRETACIÓN:

3

4

## PRÁCTICA Nº 13. Determinación del carbono y de la materia orgánica oxidable

### 1. Introducción

La materia orgánica de los suelos influye decisivamente en sus propiedades físicas (retención de agua, estructuración y aireación del suelo) y químicas (C.I.C., poder de amortiguación del suelo, etc.) y biológicas. Su determinación es de importancia primordial para la evaluación de la fertilidad. Permite conocer la relación C/N, que nos indica la velocidad de mineralización de la materia orgánica, es decir, la actividad de los microorganismos. También permite aplicar criterios taxonómicos.

La relación C/N es un índice de la salud de un suelo. Para conocerla precisamos las determinaciones separadas del nitrógeno y del carbón orgánico que nos indicarán la riqueza del terreno.

C/N	< 10	Excesiva	Liberación de nitrógeno
C/N	10-12	Normal	Liberación de nitrógeno
C/N	12-15	Escasa	Liberación de nitrógeno
C/N	>15	Muy escasa	Liberación de nitrógeno

La cantidad de materia orgánica de un suelo depende del material vegetal, de la textura del suelo (% arcilla) y del pH (determina la mayor o menor existencia de microorganismos).

La cantidad de materia orgánica en los suelos cultivados suele oscilar entre un 1-2% y el carbono que forma parte de la materia orgánica constituye un 52-53% de ésta.

El contenido en materia orgánica del suelo se calcula a través de la determinación del carbono orgánico. En el suelo este carbono puede hallarse como compuestos inorgánicos (CO<sub>2</sub>, carbonatos, etc.), como compuestos orgánicos (restos de vegetales y animales y sus derivados) y de forma elemental (carbón, grafito, etc.).

El conjunto de todas las formas bajo las que se encuentra el C representa el C total del suelo. Sin embargo, los datos que habitualmente se manejan se refieren únicamente a la fracción oxidable, que sólo incluye a los compuestos orgánicos que se han señalado anteriormente.

En el método de Walkey-Black, el contenido de materia orgánica del suelo se calcula basándose en la determinación de carbono orgánico que contiene el suelo mediante un método por vía húmeda, basado en una oxidación parcial del carbono orgánico con un agente oxidante añadido en exceso. El grado de oxidación logrado dependerá de las condiciones en las que tiene lugar la reacción (fundamentalmente, tiempo y temperatura). Las reacciones básicas son las siguientes:

- A) la reducción del  $Cr^{6+}$ :  $Cr_2O_7 + {}^214 H^+ + 12 e^- 2Cr^{3+} + 7 H_2O$
- B) la oxidación de la materia orgánica:  $C_6H_{12}O_6 + 6O_2 \leftrightarrows 6CO_2 + 6H_2O$

C) la valoración del exceso de oxidante con una sal ferrosa (la sal de Mohr: sulfato ferroso amónico:  $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2.6H_2O$ 

### 2. Material y aparatos

- Mortero y maza
- Balanza analítica de precisión (con cuatro decimales)
- Agitador magnético
- Erlenmeyer de 500 mL
- Pipetas de 1 y 20 mL
- Probeta 250 mL
- Bureta, pie de bureta
- Embudo (llenar bureta)
- Cuentagotas
- Dosificador para H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado

### 3. Reactivos

- dicromato potásico 1N: desecar el reactivo en estufa a 105°C una noche, disolver 49,05 g de dicromato potásico (calentando ligeramente para favorecer la disolución), enrasar a 1000 mL con agua desionizada.
- ácido sulfúrico concentrado (d= 1,84); la concentración del H₂SO₄ no debe ser superior al 96%
- agua desionizada.
- ácido fosfórico concentrado
- difenilamina en solución sulfúrica preparada en el siguiente orden: 0,5 g de difenilamina en 20 mL de agua desionizada y 100 mL de ácido sulfúrico (viraje de pardo negruzco o violeta a verde)
- sal de Morh 0.5 N (hacerla cada vez):
- 196,1 g de Fe(NH<sub>4</sub>)2SO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O (sal de Mohr).
- -~~800~mL de agua desionizada que contenga 20~mL de  $H_2SO_4$  para disolver la sal
- agua desionizada: llevar a un volumen de 1000 mL

### 4. Procedimiento

- 1. Pulverizar o moler en molinillo unos 6 gramos de suelo y pesar 0,5 g de suelo.
- 2. Introducirlo en un erlenmeyer de 500 mL.
- 3. Añadir 10 mL de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1N y agitar hasta obtener una buena mezcla, teniendo cuidado de que al agitar no quede en las paredes y no se lleve a cabo una reacción correcta.
- 4. Añadir 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con el dosificador lentamente y agitando en campana extractora.
- 5. Agitar enfriando bajo el grifo durante unos treinta segundos.

- 6. Dejar reposar durante 30 minutos en placa calefactora poco caliente. Este tratamiento elimina los carbonatos.
- 7. Añadir 100 mL de H<sub>2</sub>O desionizada y dejar enfriar.
- 8. Añadir 10 mL de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (evita posibles interferencias con el hierro).
- 9. Agregar 1ml del indicador (difenilamina) y valorar con una disolución de sal de Mohr 0,5 N (el punto final es una coloración verde casi negro oscura que pasa a verde esmeralda). Si nada más echar K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1N y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> la solución vira a verde significa que todo el dicromato se ha reducido y hay que repetir el análisis con menos cantidad muestra.
- 10. Hacer todo lo anterior para el blanco (debe consumir aproximadamente 20 mL).

### 5. Cálculos

Carbono orgánico oxidable:

$$\% C = 10 \times \left(1 - \frac{V_M}{V_B}\right) meq C \times \frac{\frac{12}{4} mg}{meq} \times \frac{1}{10^3 mg} \times \frac{1}{P_M} \times 100 \times \frac{1}{0.77} = \frac{3.9}{P_M} \times \left(1 - \frac{V_M}{V_B}\right)$$

El factor de recuperación, de acuerdo con la técnica seguida es 1,29. Este factor depende de la intensidad con que tenga lugar la oxidación del carbono orgánico. En el método empleado, sin aporte de calor, se supone una recuperación del 77% del carbono orgánico de la muestra.

El porcentaje de materia orgánica se calcula mediante el factor de conversión de "Van Bemmelen", cuyo valor deducido estadísticamente es 1,72, se basa en la hipótesis de que el 58 % de la materia orgánica es carbono orgánico, siendo el resto O, H, N, P, etc. Este factor puede variar de unos suelos a otros pero es el que utilizaremos.

$$\% MO = \% CO \times 1.72$$

Una vez establecido el nivel adecuado de MO que debe contener el suelo, de acuerdo con las características ecológicas de la zona, los valores obtenidos en el análisis se utilizan para establecer el balance húmico y calcular los aportes a realizar.

### 6. Resultados e interpretación

RESULTADOS: MATERIA ORGÁNICA OXIDABLE

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	Pseco muestra (g)	Volumen K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> (mL)	Volumen Sal de Mohr (mL)	CO (%)	MO (%)
Blanco					
1					
2					
3					
4					

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### Explicar:

- 1. Las reacciones que tienen lugar al añadir dicromato potásico en medio ácido y al valorar con sal de Mohr.
- 2. ¿Por qué razón se gastan volúmenes de sal de Mohr diferentes al valorar el problema y el blanco?
- 3. La relación entre el contenido en materia orgánica, la textura y la fertilidad del suelo.

### PRÁCTICA Nº 14. Determinación del fósforo asimilable

### 1. Introducción

El fósforo es uno de los tres fragmentos indispensables en toda fertilización y por ello es de mucha utilidad el poder determinar las reservas asimilables de cada suelo antes de emprender un determinado plan de abonado.

El fósforo está en el suelo en estado sólido o en la solución que rodea a las partículas y que es la llamada solución del suelo.

El contenido del fósforo en el suelo es variable y depende del material original, del grado de alteración y de las posibilidades de lavado que tenga el suelo.

El fósforo puede encontrarse en el suelo como:

- 1. Fósforo asimilable: fósforo inorgánico que puede ser absorbido directamente por las plantas. Es el que se encuentra en la solución del suelo.
- 2. Fósforo adsorbido: gran parte del fósforo aplicado a los suelos en forma soluble (fosfato monobásico de calcio) no permanece como tal largo tiempo, sino que se convierte en formas complejas insolubles fijadas sobre distintas partículas del suelo entre las que se encuentran las arcillas y los óxidos e hidróxidos de Fe y Al.
- 3. Fosfatos inorgánicos de calcio, hierro o aluminio: están disponibles para las plantas, aunque se encuentran en pequeñas cantidades y pasan fácilmente a formas insolubles. Mientras que otros fosfatos de calcio son insolubles. Los compuestos de Fe y Al son estables en suelos ácidos y extremadamente insolubles.
- 4. Fósforo orgánico: representa alrededor del 20% del fósforo en el suelo. Al igual que el nitrógeno, el fósforo orgánico experimenta ciclos de mineralización e inmovilización. La velocidad de estos fenómenos es del mismo orden de magnitud para los dos fragmentos y varían con la naturaleza de la materia orgánica. Como la cantidad presente en los suelos es muy pequeña (C:N:P, 100:10:1), en los suelos biológicamente muy activos la mineralización aventaja a la inmovilización. La relación C/P condiciona los procesos de mineralización del fósforo orgánico. La liberación del ión ortofosfato se produce para una relación C/P < 300.</p>

Conviene determinar no el fosfato total sino el fósforo asimilable, que es aquel que puede ser puesto rápidamente a disposición de la planta. Este tipo de fósforo está íntimamente ligado a otras características y componentes del suelo como son el pH, la caliza activa y la materia orgánica. Esta determinación es extremadamente dificultosa ya que se trata de conseguir una solución extractora que separe del suelo cantidades de fósforo semejantes a las que extraen las plantas.

### 2. Determinación de fósforo asimilable en suelos básicos: método Olsen

#### 2.1. Material y aparatos

- Erlenmeyer de 250 mL
- Agitador mecánico

- Pie, embudo y papel de filtro exento de fósforo
- Vaso de 100 mL
- Fotocolorímetro
- Matraz aforado de 50 mL
- Dispensador de agua desionizada o destilada
- Probeta de 100 mL
- Pipeta de 10 mL
- Tapón de goma

#### 2.2. Reactivos

- Reactivo A: solución de bicarbonato sódico (NaHCO₃) 0,5 M, contiene 42 g/L de la sal. Ajustar el pH de esta solución a 8,5 con hidróxido sódico (NaOH) 1 M (40 g/L). Ensayar si contiene fósforo según el procedimiento que se describe más abajo, desechándola en caso positivo. Almacenar en envase de polietileno y comprobar el pH de la solución semanalmente. El bicarbonato sódico provoca la dispersión de partículas coloidales, que pueden provocar una dispersión selectiva de la luz visible y la aparición de color en el líquido, interfiriendo en la determinación colorimétrica del fósforo.
- Carbón activado: ensayar si contiene fósforo agitando en un erlenmeyer de 250 mL una cucharada de carbón con 100 mL del reactivo A durante media hora. Filtrar y proceder con el extracto del suelo tal y como se describe más abajo. Caso de reacción positiva lavar el carbón con reactivo A agitando en frasco y filtrando. Lavar directamente en el embudo con agua aplicando succión en matraz quitasato. Desecar en estufa.
- Reactivo B: solución de molibdato amónico ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O2<sub>4</sub>·4H<sub>2</sub>O). Disolver 15 g de molibdato amónico en 300 mL de agua destilada templada. Filtrar la mezcla si fuera necesario (si aparece en superficie una sustancia blanca) y dejar enfriar. A continuación añadir 342 mL de HCl concentrado poco a poco y mezclando conforme se agrega. Diluir hasta 1 L con agua. Esta solución contiene exceso de HCl para neutralizar el bicarbonato sódico contenido en el extracto.
- Reactivo C: solución concentrada de cloruro estannoso (SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O). Disolver 10 g de cloruro estannoso en 25 mL de HCl concentrado. Preparar solución nueva, al menos, cada dos meses.
   Utilizar cristales grandes de la sal mejor que polvo fino. Conserva la solución en atmósfera de hidrógeno generada por cinc y HCl, o en un refrigerador.
- Reactivo D: solución diluida del cloruro estannoso. Añadir 0,5 mL de reactivo C a 66 mL de agua. Preparar esta solución para cada serie de determinaciones.
- Solución patrón de 100 ppm de fósforo. Pesar 0,4392 g de H₂KPO₄. Verter en un matraz aforado de 1 L y disolver en agua destilada. Diluir la solución hasta 1 L. Añadir 5 gotas de tolueno para disminuir la actividad microbiana. Este patrón lo hacemos para obtener posteriormente el de 2 ppm de fósforo.
- Solución patrón de 2 ppm de fósforo. Diluir 20 mL de la anterior hasta 1L con agua.

#### 2.3. Procedimiento

1. En un matraz erlenmeyer de 250 mL se introducen 5,00 g de suelo, una cucharilla de carbón y 100 mL de solución extractora (reactivo A). El carbón debe estar libre de fósforo. El carbón absorbe las partículas coloidales dispersas para evitar interferencias en la medida.

- 2. Agitar el matraz durante media hora en el agitador mecánico.
- 3. Filtrar la suspensión con un papel de filtro exento de fósforo. Añadir más carbón, cuando sea necesario para obtener un filtrado claro.
- 4. Agitar el matraz inmediatamente antes de la filtración.
- 5. 10 mL de filtrado se introducen en un matraz aforado de 50 mL. Se agregan 10 mL de reactivo B.
- 6. Una vez que el desprendimiento rápido de CO<sub>2</sub> haya terminado, agitar suavemente y cuando concluya todo desprendimiento de CO<sub>2</sub> enrasar con agua destilada. Añadir 2 mL de reactivo D, sobre el matraz ya aforado, mezclando inmediatamente por agitación, tapando con la ayuda de un tapón o de parafilm. Estos dos mililitros se añaden para provocar el cambio de color, y por eso se añaden sobre lo aforado (la reacción es anterior).
- 7. Leer en fotocolorímetro la absorbancia de la solución a la luz incidente a 660 nm, a los 10 minutos. El color es estable entre 19 y 30 minutos.
- 8. Determinar la humedad de la muestra en una alícuota apropiada secándola a 100-105°C durante la noche.
- 9. Hacer lo mismo para el blanco cogiendo 10 ml del reactivo A y partiendo del punto 5 del procedimiento.

### 2.4. Preparación de patrones

En 9 matraces aforados de 50 mL poner las siguientes alícuotas de la solución de 2 ppm (solución patrón): 0-1-3-5-7,5-10-15-20-25 mL. De esta forma tendremos de 2 a 50  $\mu$ g de fósforo en matraces aforados de 50 mL.

Agregar 10 mL del reactivo A y a continuación 10 mL del reactivo B. Se procede seguidamente igual que con las muestras.

Las concentraciones en fósforo de la curva de trabajo propuesta son las siguientes: 0-0,04-0,12-0,20-0,30-0,40-0,60-0,80-1 ppm.

$$ppm = mg/L = \mu g/mL$$

#### 2.5. Cálculos

(ppm de fósforo en solución) x 100 (factor de dilución)= ppm de fósforo asimilable en suelo

Si la lectura en el fotocolorímetro es inferior al valor obtenido para el primer punto de la curva, no se valorará el contenido en fósforo del suelo, indicando que éste es menor de 4 ppm (0,04 x100).

### 3. Determinación del fósforo asimilable en suelos ácidos: Método Bray

### 3.1. Material y aparatos

- Agitador magnético
- Vasos de precipitado 100 mL
- Papel de filtro Whatman 42
- Tubos de ensayo
- Vaso de precipitados de 500 mL
- Espectrofotómetro

#### 3.2. Reactivos

- Solución extractante 1.11 g de fluoruro amónico en 1 L de HCl 0,025 N (2,1 mL de HCl concentrado en 1 L de agua destilada)
- Molibdato amónico al 1,5 % en HCl 3,5 N (15 g de molibdato en 300 mL de agua destilada más

290 mL de HCl concentrado y se enrasa a 1 L con agua destilada (cada 2 meses)

- Cloruro estannoso: 10 g de cloruro estannoso (SnCl<sub>2</sub>. 2 H<sub>2</sub>O)
- Cloruro estannoso diluido: 1 mL de la solución anterior en 330 mL de agua destilada. Su efecto dura 2 horas.
- Patrones de 200 ppm y de 20 ppm: 0,8780 g de H₂KPO₄ desecado a 40° C en 1 L de solución extractante (200 ppm). 10 mL de la solución de 200 ppm en 100 mL de solución extractante (20 ppm).

#### 3.3. Procedimiento

- 1. Preparación de la muestra: 1 g de suelo en un vaso de 100 mL y se añaden 7 mL de solución extractante agitando durante 5 minutos. Filtrar inmediatamente a través de Whatman Nº40.
- 2. Curva patrón: verter partes alícuotas (0,05, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 15, 20 mL) de la solución de 20 ppm en matraces aforados de 50 mL diluyendo con solución extractante. En tubos de ensayo tomar 1 mL de cada una de las soluciones anteriores, añadir 6 mL de agua destilada, 2 mL de ácido cloromolíbdico, y 1 mL de cloruro estannoso recién diluido. Leer a 600 nm después de 6 minutos.
- 3. Determinación: en tubos de ensayo tomar 1 mL del extracto de suelo añadir 6 mL de agua destilada, 2 mL de cloromolíbdico y 1 mL de cloruro estannoso recién diluido. Leer después de 6 minutos y antes de 15 minutos.

### 4. Resultados e interpretación

Procedencia:

	RESULTADOS: FÓSFORO ASIMILABLE
Muestra:	

Muestra/ horizonte	P <sub>seco</sub> muestra (g)	Absorbancia (nm)	Fósforo (ppm)	Fósforo (μg g <sup>-1</sup> )
Blanco				
1				
2				
3				
4				

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### PRÁCTICA Nº 15. Determinación del nitrógeno

### 1. Introducción

En un suelo en estado natural el nitrógeno existente está o en forma orgánica (más del 85%) o en forma mineral, como resultado de la mineralización de la materia orgánica y de los fertilizantes. Además, el nitrógeno mineral existente está sometido a fuertes pérdidas por la lixiviación a la que está expuesto y por el hecho de que los procesos de mineralización están sumamente influenciadas por las condiciones climáticas, de suelo, etc.

Todo ello trae como consecuencia el hecho de que en dos determinaciones poco espaciadas en el tiempo nos pueden dar variaciones muy importantes en contenidos en nitrógeno, si los factores que influyen en el proceso han variado.

Por lo dicho, el nitrógeno a la hora de valorarlo, de cara a una correcta fertilización, debe ser considerado en términos de dinámica, o sea, valorarlo en función del tiempo y de las condiciones climáticas más que en términos estáticos; y por ello considerar las necesidades de la planta en especial y su proporcionalidad con la producción, la estimación de los residuos, la determinación del coeficiente de utilización en cada caso y la estimación de pérdidas por desnitrificación y por lixiviación.

En el método Kjeldahl se determina el nitrógeno constituyente de la materia orgánica del suelo y el nitrógeno en forma amónica del suelo. Es una de las muchas variantes del método Kjeldahl que se usa en análisis de suelos.

El método se recomienda especialmente para aquellos estudios en los que se requiera conocer la relación C/N de la materia orgánica del suelo.

El principio de esta determinación se puede resumir en estas etapas:

a) El suelo se digiere con ácido sulfúrico concentrado, en presencia de un catalizador, transformándose el nitrógeno orgánico en amoniacal:

```
Compuesto orgánico + 7H_2SO_4 --*->4CO_2 + 8H_2O +6SO_2 + (NH_4) SO_4 *= calor, catalizador
```

b) Alcalinización del medio con hidróxido sódico, liberándose el amoniaco formado:

$$(NH_4)_2SO_4 + 2NaOH \rightarrow 2NH_3 + Na_2SO_4 + 2H_2O$$
  
 $NH_4^+ + OH --*-->NH_3 + H_2O$   
\* = calor

c) El amoniaco va a ser recogido por arrastre con vapor de agua, en una solución de ácido bórico en presencia de un indicador. El medio se pone alcalino y el indicador vira a verde:

$$2NH_3 + H_3BO_3 <--*-> HBO_3 (NH_4)_2$$
  
Siendo \* = indicador

d) Valoramos el nitrógeno recogido con ácido clorhídrico 0,1 M.

 $HBO_3 (NH_4)_2 + 2HCI \leftrightarrows 2 NH_4CI + H_3BO_3$ 

### 2. Material y aparatos

- Balanza analítica de precisión
- Mortero
- Probeta 100 mL
- Erlenmeyer o vaso de 250 mL
- Bureta de valoración con soporte
- Digestor, unidad de control, tubos de digestión y sistema de destilación Kjendhal
- Tamiz de 0,14 mm

### 3. Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado
- Pastillas catalizadoras kjendhal
- Hidróxido sódico 40%: disolver 40 g de hidróxido sódico en agua destilada y aforar a 100 mL
- Indicador mixto. Hacer rojo de metilo al 0,1 % en etanol y por otra parte disolver verde de bromocresol al 0,1 % en etanol. Mezclar ambas soluciones con bórico en la siguiente proporción: 2 L de ácido bórico, con 20 mL de verde de bromocresol y 14 mL de rojo de metilo
- Solución de ácido bórico al 4% con indicador. Disolver 80 g de ácido bórico en 1800 mL de agua destilada aproximadamente, calentando suavemente. Dejar enfriar y añadir 25 mL del indicador mixto. Llevar a 2000 mL con agua destilada
- Ácido clorhídrico 0,1 N (8,176 mL en 1 L de H<sub>2</sub>O). Factorizar con carbonato sódico
- Octanol

### 4. Preparación de la muestra

Moler la muestra usando un molino de laboratorio adecuado. Asegurar una molida precisa, pasando a través de un tamiz de 0,14 mm la tierra. Mezclar el material tamizado antes de analizar. Pesar de 0,5 - 1,0 g de muestra con una precisión de 0,1 mg en tubo de digestión de 250 mL.

### 5. Digestión

Añadir 2 pastillas catalizadoras kjeldahl. Añadir 12 mL de  $H_2SO_4$ . Agitar suavemente para humedecer la muestra. Colocar el aspirador y encenderlo. Digerir durante 60 minutos. Y en caso de salir espumas añadir 2 ó 3 gotas de octanol o una emulsión antiespuma. Quitar la gradilla con el tubo y dejar enfriar 15 minutos.

Precalentar el bloque digestor a 420°C y ajustar los tubos y observar que a los 5 minutos de estar a pleno rendimiento sale humo.

### 6. Destilación

En algunos sistemas parte o todo se realiza automáticamente. Diluir la digestión enfriada con 75 mL de agua destilada. Añadir 25 mL de la disolución receptora en el matraz correspondiente. Añadir 50 mL de NaOH al 40 % para basificar la digestión. Dejar que la reacción se lleve a cabo lentamente.

### 7. Valoración

Destilar durante el tiempo descrito y valorar el destilado con un compuesto estandarizado (HCl 0,1 N). La normalidad de este compuesto debe darse con 4 decimales. Hacer un blanco antes de cada grupo de muestras.

### 8. Cálculos

$$N (\%) = \frac{(T - B)x 14,007 x N}{peso de la muestra (mg)} x 100$$

Peso de la muestra (mg)

T = mL de HCl en la valoración de la muestra

B = mL de HCl en la valoración del blanco

N = normalidad del valorador

### 9. Resultados e interpretación

RESULTADOS: NITRÓGENO

Muestra:

Procedencia:

Muestra/ horizonte	P muestra (g)	T (ml)	B (ml)	Nitrógeno (%)
Blanco				
1				
2				
3				
4				

**INTERPRETACIÓN:** la interpretación de los resultados se realizará con la ayuda de las tablas de resultados que se encuentran en el libro "Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen" de Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Ed. Universidad de La Rioja.

### Referencias bibliográficas

Cobertera, E. 1993. Edafología aplicada. Cátedra. Madrid.

Duchaufour, Ph. 1975. Manual de edafología. Toray-Masson. Barcelona.

FAO, 1970, Boletín nº 10. Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y de aguas. Roma.

Guitian Ojea, F. y Carballas, T. 1976. *Técnicas de análisis de suelos*. Pico Sacro. Santiago de Compostela. Llorca, R. 1991. *Prácticas de Edafología*. Universidad Politécnica de Valencia. 212 pp.

López Ritas, J. y López, M.J. 1985. El diagnóstico de suelos y plantas. Mundi-Prensa. Madrid.

Martínez, E. y Andrades, M. 2014. Fertilidad de los suelos y parámetros que la definen. Universidad de La Rioja. Logroño.

Ministerio de Agricultura Pesca y Alimentación. 1994. Métodos oficiales de análisis. Tomo III. Madrid.

Porta, J., López-Acevedo, M. y Rodríguez-Ochoa, R. 1986. *Técnicas y experimentos de Edafología*. Col. Oficial d'Enginyers Agrònoms. Barcelona.

ANEXO I. Tabla resumen de las propiedades del suelo

utores:

Localización. Municipio:

Provincia:

Clase Textural		Humedad saturación (mL/100g)				OBSERVACIONES							
Arena USDA (%)			CE a 25°C (dS/m)	saturación									
Limo USDA (%)			CE a 25	1:2,5		C/N							
				saturación		Nitrógeno (%)							
Arcilla (%)		표	pH Agua						1:5		Fósforo (ppm)		
Porosidad (%)			KCI	1:2,5		Materia orgánica (%)							
Densidad aparente (alterada)		in a second	Seco	(Munsell)		Carbono oxidable (%)							
Humedad (%)		- Calculation	Húmedo	(Munsell)		Caliza activa (%)							
Fragmentos gruesos (%)		To the second	Capacidad de campo (%)			Carbonatos cálcico (%)							
lorizonte			lorizonte			lorizonte							



Servicio de Publicaciones Biblioteca Universitaria C/ Piscinas, s/n 26006 Logroño (La Rioja) Teláfono: 941 299 187

http://publicaciones.unirioja.es www.unirioja.es